Fernanda Tranchesi Sadek

**Influência de parâmetros metodológicos sobre o ensaio de
microtração. Microscopia eletrônica de varredura e resistência de
união**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da
Universidade de São Paulo, para obter o título de
Doutor pelo Programa de Pós-Graduação em
Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Paulo Eduardo Capel Cardoso

São Paulo
2005

FOLHA DE APROVAÇÃO

Sadek FT. Influência de parâmetros metodológicos sobre o ensaio de microtração. Microscopia eletrônica de varredura e resistência de união [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

São Paulo, __ / __ / ____

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

“A inteligência sem amor, te faz perverso.
A justiça sem amor, te faz implacável.
A diplomacia sem amor, te faz hipócrita.
O êxito sem amor, te faz arrogante.
A riqueza sem amor, te faz avaro.
A docilidade sem amor, te faz servil.
A pobreza sem amor, te faz orgulhoso.
A beleza sem amor, te faz ridículo.
A autoridade sem amor, te faz tirano.
O trabalho sem amor, te faz escravo.
A simplicidade sem amor, te deprecia.
A oração sem amor, te faz introvertido.
A fé sem amor, te deixa fanático.
A vida sem amor..... não tem sentido”

Madre Tereza de Calcutá

Dedico esse trabalho àqueles que me ensinaram que a vida sem amor não faz sentido. Àqueles que sempre me amaram, apoiaram, compreenderam, e incentivaram, sendo os principais responsáveis por esse passo tão importante na minha vida e na minha carreira.

Aos meus queridos: marido, pais, irmãos, avô e avós, o meu MUITO OBRIGADA!

AGRADECIMENTO ESPECIAL

Ao meu orientador, Paulo Capel, por todos esses anos de convivência, confiança, amizade, conquistas e superações. Um professor extraordinário, que me abriu as portas para essa caminhada, que a princípio era apenas um trabalho de iniciação científica, mas que com sua firmeza, determinação, estímulo e conhecimentos, me fizeram chegar até aqui.

Seu apoio, fundamental para que eu superasse as dificuldades (e olha que não foram poucas durante todos esses anos) e sua competente orientação científica, me proporcionaram um crescimento profissional e um amadurecimento pessoal imensurável.

Minha eterna gratidão e admiração!

AGRADECIMENTOS

Agradeço especialmente ao Roberto, meu marido, amigo e companheiro, sempre presente, me apoiando e incentivando, até quando isso nos deixaria a quilômetros de distância. Teu amor, carinho, compreensão e estímulo me deram forças para sempre seguir em frente.

Agradeço de coração ao meu pai, um homem de poucas palavras e muita emoção, **e à minha mãe**, uma mulher dedicada e companheira, meus grandes e eternos mestres, que sempre, com muito amor, dedicação, companheirismo, entusiasmo, estiveram ao meu lado, me educando e me ajudando na realização dos meus sonhos.

Agradeço aos meus irmãos, José Carlos e Marcelo, que sempre acreditaram em mim, me fazendo superar alguns limites jamais imaginados, e por todo carinho e amizade que sempre nos uniu.

Aos meus avôs, Chafik, Adília e Ida, pelo grande exemplo de vida e pela torcida e entusiasmo a cada passo dado.

À toda a minha família, em especial àqueles que sempre me prestigiaram como profissional, e **à minha querida tia, Tereza**, por seu constante incentivo e carinho, e pela ajuda fundamental na revisão gramatical dessa tese.

Ao Prof. Marco Ferrari, por compartilhar seus conhecimentos, e por ter me proporcionado a oportunidade de realizar parte dessa tese na Universidade de Siena, uma experiência jamais esquecida.

Al Prof. Marco Ferrari, per avermi reso partecipe della sua conoscenza, e per avermi dato l'opportunità di sviluppare parte di questa tesi presso l'Università degli studi de Siena, una indimenticabile esperienza.

Ao Prof. Muench, por todo ensinamento, apoio, colaboração e principalmente pela disposição constante em ajudar com tanta dedicação.

Ao Prof. Rafael, pela disponibilidade e atenção sempre dispensadas. E pela maravilhosa dica das “referências cruzadas”, que facilitou muito a elaboração dessa tese.

À Profa. Rosa, por toda ajuda e condução durante o meu curso de Pós-Graduação.

Agradeço ao PC (Professor Paulo Cesar), pelos momentos memoráveis divididos durante nossas viagens para eventos no exterior.

Aos Professores do Departamento de Materiais Dentários não citados nominalmente, mas admirados pela amizade e convivência científica compartilhada.

Agradeço imensamente ao Laboratório Nacional de Luz Sincrotron (LNLS) que abriu suas portas e permitiu que uma parte importante desse trabalho fosse

desenvolvida. E especialmente ao técnico do LNLS, **Paulinho** (Paulo César Silva), que me acolheu e me conduziu ao mundo da Engenharia com toda paciência e dedicação.

Ao Laboratório de microscopia eletrônica de varredura do Departamento de Engenharia de Materiais e Metalurgia da Escola Politécnica da USP pela disponibilidade e utilização do microscópio. Em especial à **Clarice e ao Vinícius**, por todo carinho e atenção dispensados na preparação dos espécimes e pela busca constante de imagens perfeitas.

Ao Programa Alban por acreditar no meu projeto e na minha capacidade, e pelo apoio financeiro, permitindo que uma parte desse estudo fosse realizada na Universidade de Siena, Itália.

À todas as minhas amigas e amigos, que sempre vibraram e torceram pelas minhas conquistas, me apoiando com carinho e amizade. E em especial à **Mari Stanisci e ao Gian**, que facilitaram as minhas idas a Itália, garantindo sempre um “porto seguro” e momentos inesquecíveis.

Agradeço especialmente à minha querida amiga e incentivadora, Fernandinha (Fernanda Calheiros), que nunca me deixou me sentir sozinha. Uma amiga de verdade que, durante esses últimos anos, tem dividido e compartilhado comigo os momentos de felicidade, de angústia, de dúvida, de alegria, de medo, enfim, os momentos da vida, com muito carinho e afeto.

À todos os colegas do Curso de Pós-Graduação em Materiais Dentários, pela amizade, companheirismo e momentos compartilhados.

Às minhas queridas amigas italianas, Francesca, Federica e Cecília, pelo acolhimento, carinho, colaboração, apoio e amizade.

Alle mie care amiche italiane, Francesca, Federica e Cecília, per la loro accoglienza, gentilezza, collaborazione, aiuto e amicizia.

Ao meu pequeno grande amigo, Álvaro, por toda ajuda e amizade.

Ao Paulinho (Paulo Santos), por toda sua ajuda e esforço para conseguir desenhos cada vez mais reais. Sem dúvida, nenhum dos trabalhos pertencentes a essa tese seria o mesmo sem a sua dedicação.

À Jomara Cardoso, pelo carinho e suporte fundamental na revisão dos meus trabalhos.

Ao Antônio e ao Sílvia, sempre presentes, ajudando, arrumando, consertando, conversando, enfim, verdadeiros colaboradores.

À Rosinha, pela competência e dedicação em amparar as “crianças” do Departamento de Materiais Dentários, e eu, sem dúvida, me incluo nessa lista.

A CAPES pelo apoio financeiro.

Às secretárias da Pós-Graduação, Cátia, Nair e Alessandra, por estarem sempre prontas a solucionar os nossos problemas.

À PRPG (Pró-Reitoria de Pós-Graduação) e ao PROAP (Programa de Apoio à Pós-Graduação), pelo apoio financeiro que facilitou a minha participação em congressos de relevância, nacionais e internacionais, garantindo a divulgação dos meus projetos e uma troca de conhecimento com grandes pesquisadores.

Ao NAPEM (Núcleo de Apoio à Pesquisa em Materiais Dentários), pelo suporte no desenvolvimento dessas pesquisas.

Agradeço, finalmente, à todos aqueles que, direta ou indiretamente, colaboraram na execução desse trabalho.

Sadek FT. Influência de parâmetros metodológicos sobre o ensaio de microtração. Microscopia eletrônica de varredura e resistência de união [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

RESUMO

Foi verificada a influência de 6 variáveis experimentais sobre o ensaio de microtração, a saber: sistema adesivo, formato e área de união dos corpos-de-prova (cps), velocidade e equipamento de corte e definição do grupo amostral no tratamento estatístico. Todas as variáveis foram testadas em esmalte e dentina previamente planejados. Para isolar as variáveis, o estudo foi dividido em quatro fases. 1) testou-se o tipo de adesivo: 28 molares humanos foram divididos em 4 grupos, de acordo com o substrato e com o adesivo utilizado (Excite e Clearfil SE Bond). 2) 64 dentes divididos em 16 grupos foram usados para testar: formato (ampulheta ou palito) e área de união dos cps. 3) testou-se a velocidade de corte para a obtenção dos cps, usando-se 30 molares divididos em 6 grupos. 4) 40 molares divididos em 8 grupos foram usados para analisar: equipamento de corte (disco ou fio impregnados por diamante), formato dos cps e delimitação do grupo amostral. Em todas as fases, cps foram selecionados e preparados para MEV, enquanto o restante foi submetido ao teste de microtração. Os valores de resistência de união [RU] foram coerentes com os achados em MEV, sendo os maiores valores encontrados nos grupos com melhor integridade superficial. Foi possível observar que não houve diferença estatística entre o substrato e o adesivo utilizado na fase 1. Apesar de ambos os adesivos terem conseguido íntimo contato com o substrato adjacente, muitos defeitos estruturais foram observados em MEV, principalmente em esmalte. Na fase 2, cps em dentina e em forma de palito apresentaram valores significativamente maiores de RU do que cps em esmalte e em forma de ampulheta, respectivamente. Em relação à área dos cps, quando essa aumentou de 0,25 para 4,0 mm², a RU diminuiu significativamente. Foi possível verificar em cps com forma de ampulheta, através da MEV, linhas de fraturas juntamente à área de ação da

ponta diamantada, além de defeitos nos cps em forma de palito, sendo que o esmalte foi mais afetado do que a dentina. Já na fase 3, cps em dentina apresentaram maior RU do que cps em esmalte. A velocidade de corte não influenciou nos resultados dos cps em dentina, influenciando, contudo, a RU daqueles em esmalte, sendo que os cortados com velocidade alta (400 RPM) mostraram defeitos mais pronunciados em MEV e menores RU do que os cortados com velocidades menores (100 e 200 RPM). Na fase 4, cps em esmalte cortados com o fio impregnado por diamante foram estatisticamente mais resistentes do que aqueles cortados com disco, sendo que este grupo apresentou maior quantidade de defeitos em MEV, o mesmo não acontecendo em dentina. Cps em forma de palito foram mais resistentes do que aqueles em forma de ampulheta. A inclusão/exclusão das fraturas prematuras foi estatisticamente significativa para ambos os substratos. Concluimos que cps em forma de ampulheta devem ser evitados, principalmente em esmalte, recomendando, assim, o uso de cps em forma de palito, com áreas próximas a 1 mm². O seccionamento para obtenção dos cps em esmalte deve ser feito preferencialmente com fio. Quando a utilização do disco for inevitável, velocidades baixas são aconselháveis. A inclusão das fraturas prematuras, como valor de resistência de união igual a zero, proporciona resultados mais representativos sobre o complexo processo que envolve o teste de microtração.

Palavras-Chave: Resistência à Tração; Microscopia Eletrônica de Varredura; Esmalte Dentário; Dentina; Parâmetros Indiretos; estatística & dados numéricos

Sadek FT. Influence of methodological parameters on microtensile test. Scanning electron microscopy and bond strength measurements [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2005.

ABSTRACT

The influence of 6 methodological parameters in the results of the microtensile test was evaluated, as described: adhesive system, shape and area of the specimens, cutting speed and equipment, experimental groups' definition for the statistical analyses. All variables were tested in flattened dentin and enamel. 1) The type of adhesive system was evaluated: 28 human molars were divided into 4 groups according to the substrate and the adhesive used (Excite or Clearfil SE Bond). 2) 64 teeth divided into 16 groups were used to test: shape (hourglass and stick) and area of the specimens. 3) Cutting speed used to obtain specimens was tested, using 30 molars divided into 6 groups. 4) 40 molars were divided into 8 groups and used to analyze: cutting equipment (blade or wire impregnated by diamond), shape of the specimens and experimental groups' delimitation. In all the above trials, some specimens were randomly selected and prepared for SEM, while the remaining were submitted to microtensile test. Microtensile bond strength data collected was coherent to the SEM images observed; higher values were found for the groups wherein better integrity was observed. It was possible to verify that there were no statistically differences between substrates and adhesives used in the first trial. Even though both systems showed intimate contact with the adjacent tissue, many structural defects were observed in SEM, mainly in enamel. In the test 2, dentin and stick-shaped specimens gave significantly higher values of bond strength than enamel and hourglass-shaped specimens, respectively. As for specimens' thickness, when it increases from 0.25 to 4.0 mm², the recorded microtensile bond strength decreases. It was possible to verify, through SEM, line of fracture in the area of action of the bur in the hourglass-shaped specimens and structural defects in the stick-shaped specimens, being enamel more affected than dentin. In the third trial, specimens in dentin showed significantly higher values of bond strength than specimens in enamel.

Cutting speed did not influence the results of the dentin's specimens; however, it influenced those in enamel, where the ones cut with higher cutting speed (400 RPM) had more pronounced defects in SEM and lower bond strength values when compared to those cut with lower cutting speeds (100 and 200 RPM). In the experiment 4, enamel's specimens sectioned with the diamond wire showed statistically higher bond strengths than those cut with blade, being this last group the one that showed more structural defects during SEM analyzes, which did not happen in dentin. Stick-shaped specimens were more resistant than hourglass-shaped specimens. The inclusion/exclusion of premature failures was statistically significant for both substrates. We conclude that hourglass-shaped specimens should be avoided, especially on enamel, where the use of stick specimens is highly recommended, with cross-sectional area of 1 mm². The sectioning action to obtain enamel specimens should be done with wire equipments. However, when the use of diamond blade is unavoidable, low cutting speeds are advisable. Premature failures should be included as null bond strength values to represent fully all factors involved in the microtensile process.

Keywords: Tensile Strength; Scanning Electron Microscopy; Dental Enamel; Dentin; Indirect Parameters; statistics & numerical data

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1 Variáveis inerentes ao teste de microtração estudadas nessa tese.....	22
2.1.1 Formato dos corpos-de-prova	23
2.1.1.1 <i>corpos-de-prova em forma de ampulheta.....</i>	<i>23</i>
2.1.1.2 <i>corpos-de-prova em forma de palito.....</i>	<i>26</i>
2.1.2 Substrato dental	27
2.1.3 Confecção dos espécimes	29
2.1.3.1 <i>velocidade de corte</i>	<i>29</i>
2.1.3.2 <i>equipamento de corte.....</i>	<i>30</i>
2.1.4 Consideração sobre a obtenção dos valores das unidades amostrais (corpo-de-prova)	31
2.2 Variáveis inerentes ao teste de microtração cuja influência não foi estudada nessa tese	32
2.2.1 Fixação dos corpos-de-prova	32
2.2.2 Velocidade de tracionamento do corpo-de-prova.....	35
2.2.3 Unidade Experimental	36
2.3 Síntese	37
3 PROPOSIÇÃO	38
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	39
4.1 Preparação do substrato dental.....	40

4.1.1 Dentina	40
4.1.2 Esmalte	42
4.2 Variáveis experimentais avaliadas	43
4.2.1 Influência do substrato dental e do tipo de sistema adesivo	43
4.2.1.1 <i>microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	47
4.2.1.2 <i>teste de microtração</i>	48
4.2.2 Influência do formato e área dos corpos-de-prova de acordo com o substrato dental	49
4.2.3 Influência da velocidade de corte de obtenção dos corpos-de-prova em ambos os substratos dentais	52
4.2.4 Influência do equipamento de corte e formato dos corpos-de-prova em esmalte e dentina.....	54
5 RESULTADOS	58
5.1 Verificação da influência do substrato dental e do tipo de sistema adesivo	58
5.1.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	58
5.1.2 Teste de microtração.....	63
5.2 Verificação da influência do formato e área dos corpos-de-prova de acordo com o substrato dental.....	63
5.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	64
5.2.2 Teste de Microtração.....	65
5.3 Verificação da influência da velocidade de corte de obtenção dos corpos-de-prova em ambos os substratos dentais	69
5.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura	69
5.3.2 Teste de Microtração.....	71

5.4 Verificação da influência do equipamento de corte e formato dos corpos-de-prova em ambos os substratos	72
5.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura	72
5.4.2 Teste de Microtração.....	75
6 DISCUSSÃO	79
7 CONCLUSÕES	101
REFERÊNCIAS	104
ANEXOS.....	113

1 INTRODUÇÃO

O vertiginoso desenvolvimento dos sistemas adesivos, juntamente com os materiais restauradores estéticos, têm melhorado a qualidade da Odontologia Restauradora nos últimos anos. Embora este fato seja incontestável, a adesão à dentina ainda é um grande desafio (HILTON, 2002a, 2002b; LUCENA-MARTIN et al., 2001; MANHART et al., 2001) e, assim, novos produtos têm sido constantemente introduzidos no mercado. Muitas vezes, no entanto, sem validação longitudinal, fracassando clinicamente (BRACKETT; COVEY; ST GERMAIN, 2002). Ainda que estudos clínicos sejam ideais, testes *in vitro* são considerados importantes por avaliar, num curto espaço de tempo, a eficiência da adesão de sistemas adesivos, apresentando uma boa correlação com os estudos *in vivo* (VAN MEERBEEK et al., 2003).

Contudo, com o desenvolvimento de novos sistemas adesivos com maior resistência de união, os ensaios de cisalhamento e tração, comumente usados, passaram a apresentar alta incidência de fraturas coesivas no substrato dentinário durante o teste (PASHLEY et al., 1995). Tal fato, segundo Van Noort et al. (1989, 1991), está associado a uma distribuição não uniforme do estresse pela interface adesiva. Na tentativa de minimizar esse inconveniente, Sano et al., em 1994, introduziram o ensaio de microtração na Odontologia.

Desde então, este teste vem sendo consagrado por demonstrar uma melhor distribuição do estresse e menor quantidade de defeitos na interface, minimizando a incidência de fraturas coesivas quando comparado aos testes convencionais. Além disso, a variabilidade associada ao teste de microtração diminuiu para 10-25%, ao

invés de 30-50% comumente encontrada nos testes convencionais, garantindo uma maior fidelidade nos resultados (PASHLEY et al., 1999).

Desde sua introdução (SANO et al., 1994), o teste de microtração sofreu inúmeras modificações (BOUILLAGUET et al., 2003; PASHLEY et al., 1999; SHONO et al., 1999; YOSHIYAMA et al., 1996) e, apesar de ser atualmente considerado pelos pesquisadores como o teste de adesão mais confiável, ainda envolve diversos parâmetros que podem influenciar nos resultados obtidos. Seria interessante entender como e quanto esses parâmetros podem interferir nos resultados, possibilitando, assim, uma padronização mais definida do teste.

Dentre esses, o substrato dental envolvido tem chamado bastante atenção, já que com o teste de microtração, os valores de adesão obtidos em esmalte são geralmente inferiores aos obtidos em dentina (DE MUNCK et al., 2003a; GORACCI et al., 2004a; INOUE et al., 2001, 2003; ÖZER et al.; YOSHIYAMA et al., 1998). Anos de experiência clínica confirmam que o esmalte oferece condições de adesão mais favoráveis e confiáveis do que a adesão obtida em dentina (CARVALHO, 1998; FERRARI et al., 1994; GARONE FILHO, 2000; VAN MEERBEEK et al., 2001). No entanto, tal incoerência ainda não foi explorada na literatura e talvez possa estar relacionada ao tipo de adesivo utilizado ou ser explicada por características inerentes ao modo de preparo dos espécimes para o teste.

Diferentemente dos testes de cisalhamento e tração convencionais, os corpos-de-prova (cps) para o ensaio de microtração são obtidos a partir de sucessivos cortes da amostra, usando-se discos diamantados (PASHLEY et al., 1999; SHONO et al., 1999). Esses cortes geram fatias delgadas e, atualmente, estas têm dado origem a basicamente dois tipos de cps: em forma de ampulheta (as fatias

são desgastadas na interface criando entalhes laterais) ou em forma de palito (as fatias são novamente seccionadas perpendicularmente à interface adesiva).

Durante o seccionamento, ocorre fricção entre o disco e o dente restaurado, o que pode gerar vibrações e aquecimento (ANUSAVICE, 1998). É possível especular que esses fenômenos podem induzir grande estresse mecânico nas estruturas envolvidas, principalmente em esmalte, substrato altamente friável e com alto módulo de elasticidade (ARIKAWA, 1989; MAHONEY et al., 2000), podendo até, causar fraturas prematuras. Além do estresse gerado pelo corte das amostras, os cps em forma de ampulheta ainda recebem entalhes laterais, aumentando a quantidade do estresse na interface (BOUILLAGUET et al., 2001a; PASHLEY et al., 1995; PASHLEY et al., 1999; SHIMADA et al., 2002). É possível que, durante os ensaios de microtração, o estresse induzido na obtenção dos cps possa levar à propagação de trincas até a fratura, a níveis relativamente baixos de carregamento, mascarando os valores reais de resistência de união do material aderido à estrutura dental.

No entanto, ainda não se sabe o quanto esse estresse é capaz de influenciar na resistência de união obtida, já que, até então, apenas algumas considerações em relação à espessura e ao formato dos cps mais adequados foram tecidas (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b; SANO et al., 1994; SHONO et al., 1997), sem que nenhuma comparação direta fosse feita entre os espécimes obtidos através do entalhe (ampulheta) e sem o entalhe (palito), com diferentes espessuras, em ambos os substratos (esmalte e dentina).

Pelo exposto, os procedimentos de corte parecem ser os processos mais críticos do teste de microtração. Estes, contudo, não podem ser evitados, já que são os responsáveis pelas áreas reduzidas dos cps, essenciais para o ensaio. Assim,

torna-se importante que alguns parâmetros do corte sejam analisados para verificar se têm, ou não, o poder de influenciar na resistência nominal, e até para minimizar sua influência, caso esta esteja interferindo nos resultados.

É possível que a velocidade de corte - parâmetro ainda não padronizado entre os diferentes centros de pesquisa - possa influenciar nos resultados, já que, ao mesmo tempo em que velocidades maiores diminuem o tempo de contato do disco com os espécimes, também causam mais atrito. Assim, seria importante definir o que é mais indicado: velocidades maiores devido ao menor tempo de corte; ou velocidades menores para reduzir o atrito.

Com relação ao equipamento de corte, na Odontologia, o seccionamento dos espécimes para microtração tem sido realizado com discos impregnados por diamante. Isto pode ser um inconveniente, principalmente para materiais friáveis como, por exemplo, o esmalte dental. Em Engenharia, equipamentos de corte por fios impregnados por diamante são amplamente indicados para amostras friáveis, como cristais e rochas, minimizando a geração de defeitos durante o corte e as perdas prematuras (CLARK et al., 2003; OZCELIK et al., 2004). É possível que a utilização desses equipamentos seja uma alternativa interessante para a confecção de cps para o teste de microtração em Odontologia. Não há, entretanto, relatos de sua utilização na literatura até o presente momento.

Outro ponto importante, relacionado ao teste de microtração, refere-se à possibilidade de alguns cps fraturarem durante os cortes ou os entalhes, enquanto outros sobrevivem. Este fato tem causado controvérsias na literatura no que diz respeito à delimitação do grupo amostral para o tratamento estatístico dos dados. Alguns autores (ARMSTRONG et al., 2003; GUZMAN-ARMSTRONG; ARMSTRONG; QIAN, 2003; INOUE et al., 2001; UNO et al., 2001; XIE; DICKENS;

GIUSEPPETTI, 2002) desprezam os cps fraturados prematuramente, não os incluindo no tratamento estatístico, enquanto outros pesquisadores procedem à inclusão na compilação das médias como valores de resistência de união igual a zero (PASHLEY et al., 2002; TAY et al., 2003), ou acabam atribuindo valores arbitrários, usando um índice de resistência, no qual os espécimes perdidos recebem um valor de resistência abaixo do menor valor encontrado para os espécimes ensaiados (SILVA, 2002). Essa divergência deve ser melhor elucidada para facilitar a comparação entre diferentes estudos.

Face ao exposto, é proposta do presente trabalho analisar o alcance e, principalmente, as limitações dos testes de microtração, avaliando como e quanto alguns parâmetros do ensaio podem influenciar na precisão dos resultados.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Com o desenvolvimento acelerado de novos sistemas adesivos, a determinação da resistência de união às estruturas dentais se tornou de grande importância e interesse. Até a década de 1990, poucos estudos avaliavam as propriedades adesivas em substratos clinicamente relevantes como dentina cariada, esclerótica ou em regiões de erosão cervical, devido a dificuldades técnicas dos testes existentes até então, já que essas lesões geralmente são pequenas e apresentam forma irregular.

A partir do trabalho de Sano et al. (1994) foi possível avaliar a performance adesiva em pequenas áreas do substrato, uma vez que a metodologia do teste de tração foi modificada, reduzindo as dimensões dos cps, chamando essa variação de teste de microtração. Neste estudo pioneiro, dentes restaurados foram seccionados, em diversas fatias, cuja espessura variava entre 0,5 mm e 3,0 mm. Essas eram, em seguida, desgastadas na interface adesiva com uma ponta de diamante super fina, gerando cps em forma de ampulheta (Figura 2.1), com áreas de união que variavam entre 0,5 x 0,5 mm e 3,0 x 3,0 mm.

Figura 2.1 – Desenho esquemático de um corpo-de-prova em forma de ampulheta

Esse estudo levou os autores a perceberem que a resistência de união é dependente da área aderida, verificando uma relação inversa entre resistência de união e a respectiva área, ou seja, quanto menor a área, maiores os valores de resistência obtidos. Outro aspecto relevante encontrado nesse estudo foi a ocorrência de fraturas coesivas em todos os espécimes com áreas de união superiores a $7,17 \text{ mm}^2$. Espécimes com áreas entre $2,31$ e $7,17 \text{ mm}^2$ apresentaram tanto fraturas coesivas como adesivas. Já em cps com área de união menores do que $2,31 \text{ mm}^2$, todas as fraturas foram adesivas. A razão atribuída para tais fenômenos foi o efeito da presença de defeitos e/ou concentradores de estresse na interface ou no substrato.

A explicação científica para esses fenômenos foi demonstrada na teoria dos defeitos de Griffith (GRIFFITH, 1920), onde materiais frágeis, submetidos à tensão, apresentam resistência a tração diminuída com o aumento do tamanho do espécime. Isso é devido à distribuição dos defeitos no material, uma vez que espécimes maiores provavelmente contêm defeitos maiores e, assim, uma maior concentração de tensão, se comparados aos espécimes menores. Desta forma, durante o carregamento do espécime, a concentração de tensão nesses defeitos, inicia a formação e a propagação de trincas, resultando conseqüentemente na ruptura a níveis de carga baixos. Apesar de essa teoria ter sido desenvolvida para materiais frágeis, ela pode ser aplicada para testes de adesão, explicando a relação inversa encontrada por Sano et al. (1994).

A queda na frequência de fraturas coesivas, a facilidade de alinhamento dos cps garantindo uma melhor axialidade da carga, a possibilidade de avaliação de pequenas regiões clinicamente relevantes, assim como a obtenção de múltiplos

espécimes com um único dente, fizeram com que o teste de microtração se difundisse rapidamente pelos diversos centros de pesquisa ao redor do mundo.

Numa comparação direta entre os resultados de 5 adesivos diferentes em dentina, Schreiner et al. (1998) comprovaram a superioridade do teste de microtração em relação ao de cisalhamento. Os autores verificaram uma incidência muito maior de fraturas coesivas com o teste de cisalhamento, concluindo que o teste de microtração determina a real resistência adesiva do material, além de se aproximar mais das aplicações clínicas, onde as falhas ocorrem principalmente por forças de tração e não por cisalhamento.

Os autores encontraram, ainda nesse estudo (SCHREINER et al., 1998), diferenças estatisticamente significantes apenas quando os adesivos foram testados por microtração, evidenciando que este tem uma melhor capacidade discriminativa. No entanto, essa mesma característica não foi encontrada por Cardoso, Braga e Carrilho (1998) que verificaram diferenças estatísticas entre 3 adesivos de frasco único apenas com os testes de cisalhamento e tração, não as encontrando com o de microtração (CARDOSO; BRAGA; CARRILHO, 1998). Essa diferença pode estar relacionada com a não uniformização da metodologia, reforçando a necessidade de uma padronização do teste de microtração entre os diferentes centros de pesquisa.

Para facilitar a abordagem dos parâmetros que podem influenciar nos resultados do teste de microtração, esse capítulo foi dividido em tópicos.

2.1 Variáveis inerentes ao teste de microtração estudadas nessa tese

2.1.1 Formato dos corpos-de-prova

2.1.1.1 corpos-de-prova em forma de ampulheta

O primeiro estudo de microtração em Odontologia, proposto por Sano et al. (1994), recomendava o uso de espécimes em dentina com formato de ampulheta com áreas de união entre 1,6 e 1,8 mm², já que estes produziram resultados com menor variabilidade e fraturas adesivas na maioria dos espécimes testados. No entanto, os autores relataram que avanços na metodologia deveriam ser alcançados no futuro para reduzir ainda mais a área, desenvolvendo cps com áreas de união menores do que 1 mm².

Na tentativa de aperfeiçoar os cps em forma de ampulheta, Phrukkanon, Burrow e Tyas (1998a, b) propuseram cps com secção transversal cilíndrica. Segundo os autores, secções retangulares, como as propostas por Sano et al. (1994), poderiam criar uma distribuição não uniforme do estresse pela interface adesiva, afetando os valores de resistência de união obtidos. Assim, esses autores compararam cps em forma de ampulheta com secção transversal retangular e cilíndrica com áreas variando entre 1,1, 1,5 e 3,1 mm². Em ambos os trabalhos (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a, 1998b), os autores relataram que os cps mais adequados para o teste de microtração são aqueles com área de 1,5 mm², já que praticamente não houve diferença na resistência de união e nem no modo de fratura entre esse grupo e aquele com área de 1,1 mm². Os espécimes com 1,5 mm² de área de secção transversal, contudo, foram mais fáceis de serem confeccionados e testados, além de ter sido mínima a ocorrência de fraturas prematuras durante sua

obtenção. Os autores acreditam que uma elevada ocorrência de fraturas prematuras origine resultados falsos, uma vez que apenas os cps mais resistentes serão testados. Os resultados confirmaram novamente a relação inversa entre resistência de união e área encontrada por Sano et al. (1994), porém não detectaram diferenças estatísticas entre os diferentes formatos da interface adesiva (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998b).

Até então essa relação inversa entre a área de união do corpo-de-prova e a resistência de união, e as dimensões apropriadas para os cps haviam sido relatadas, apenas quando o substrato envolvido era a dentina. Shono et al. (1997) testaram cps em forma de ampulheta em esmalte bucal e lingual de molares humanos, com áreas de união de 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 e 3,0 mm², além de variar a região da adesão (terço oclusal, médio e cervical). Estes foram os primeiros autores a comprovarem que a relação inversa entre a resistência de união e a área é verdadeira também para o esmalte e, em consequência, dessa dependência, sugeriram que os pesquisadores informassem a área exata do corpo-de-prova quando esta fosse menor do que 3 mm². Os autores também recomendaram que a área de adesão ao esmalte para o teste de microtração fosse de 1mm², uma vez que áreas menores apresentam dificuldades técnicas de confecção e uma enorme variabilidade de resultados (SHONO et al., 1997).

Seguindo esses preceitos, Yoshiyama et al. (1998) propuseram a utilização do teste de microtração para mensurar a resistência de união em várias regiões do esmalte e dentina humanos de um mesmo dente. Os autores utilizaram cps em forma de ampulheta com 1 mm² de área e não relataram fraturas prematuras, indicando que a área de união realmente podia ser reduzida a 1 mm².

Bianchi (1999) testando cps constituídos apenas por resina composta, porém, extrapolando os resultados para cps com juntas adesivas, recomendou que cps em forma de ampulheta deveriam ter espessura igual ou menor do que 1 mm, largura de 1mm e entalhe arredondado, para diminuir a potencialidade de se obter diferenças na resistência calculada não atribuíveis a diferenças inerentes da interface.

Independentemente do substrato envolvido, o entalhe para criar os cps em forma de ampulheta geralmente é feito à mão livre, com brocas diamantadas em alta-rotação. Pashley et al. (1995) advertiram que muita pressão lateral na broca, excesso de vibração, ressecamento do espécime e/ou superaquecimento devem ser evitados durante o desgaste para impedir falhas prematuras. No entanto, mesmo tomando esses cuidados, a incidência de fraturas prematuras de cps em forma de ampulheta é alta, tanto em dentina como em esmalte, principalmente em áreas reduzidas (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a, 1998b).

Bouillaguet et al. (2001a) relataram um índice de fraturas prematuras superior a 26% durante a confecção de cps em forma de ampulheta em dentina, com áreas variando entre 0,4 e 0,6 mm². Os autores encontraram uma correlação negativa entre resistência de união e porcentagem de fraturas prematuras, e através de uma curva de regressão mostraram que a maioria dos espécimes com resistência superior a 20 MPa resistiram aos procedimentos de obtenção dos cps (BOUILLAGUET et al., 2001a).

Tentando minimizar a quantidade de fraturas prematuras, Mannocci et al. (2001) usaram espécimes com 1,5 mm de espessura, uma vez que um alto índice de fratura foi observado no plano piloto, no qual espécimes com 0,7 ou 1,0 mm de espessura foram utilizados.

Inoue et al. (2003), estudando a resistência de união em esmalte, também com cps em forma de ampulheta, constataram elevada porcentagem de fraturas prematuras e alta incidência de fraturas coesivas em esmalte (INOUE et al., 2003).

Shimada et al. (2002), por acreditarem que o esmalte, substrato naturalmente frágil, pode facilmente trincar durante o entalhe da interface adesiva e distorcer os resultados em esmalte encontrados com o teste de microtração, utilizaram o teste de micro-cisalhamento para investigar a performance adesiva em esmalte decíduo e permanente, desencorajando o uso do teste de microtração em esmalte.

2.1.1.2 corpos-de-prova em forma de palito

Além da alta incidência de fraturas prematuras encontrada nos estudos com cps em forma de ampulheta, Shono et al. (1999) também observaram uma grande dispersão nos resultados de resistência de união obtidos entre diversos cps em forma de ampulheta provenientes de um mesmo dente. Os autores associaram essa inconsistência ao modo de preparo dos espécimes ou à sensibilidade da técnica. E assim, propuseram uma nova versão do teste de microtração, envolvendo o seccionamento das fatias, ao invés do entalhamento na interface, em cortes seriados de 1 mm de espessura, obtendo-se os cps em forma de palito (Figura 2.2, página 27).

Figura 2.2 - Desenho esquemático de um corpo-de-prova em forma de palito

Esse novo formato garantiu um número maior de cps por dente (20-30 palitos, ao invés de 4-6 ampulhetas), eliminou o passo crítico da confecção do entalhe, havendo, assim, uma tendência de redução das fraturas prematuras, por aparentemente induzir menor estresse na interface adesiva. Estas vantagens, associadas aos benefícios inerentes ao ensaio de microtração, tornaram essa versão de corpo-de-prova amplamente difundida, passando a ser usada tanto em esmalte (GORACCI et al., 2004a; HASHIMOTO et al., 2003b; YOSHIYAMA et al., 1998) como em dentina (CHEN et al., 2001; HASHIMOTO et al., 2003a; PASHLEY et al., 2002).

2.1.2 Substrato dental

Apesar da adesão ao esmalte ser consagrada desde os trabalhos pioneiros de Silverstone e Dogon (1975) (SILVERSTONE; DOGON, 1975; SILVERSTONE et al., 1975), com o desenvolvimento dos novos sistemas adesivos simplificados, o esmalte voltou a ser bastante estudado, apresentando, no entanto, resultados de adesão, com o teste de microtração, inferiores aos obtidos em dentina (DE MUNCK et al., 2003a; GORACCI et al., 2004a; INOUE et al., 2001, 2003; YOSHIYAMA et al.,

1998). Esse interessante achado chamou muito a atenção, já que seus dados são incoerentes com os encontrados no teste de cisalhamento ou de tração convencional, que mostram valores de resistência de união ao esmalte sempre superiores aos encontrados em dentina (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003; BURROW et al., 1994; FINGER; FRITZ, 1996; FRITZ; FINGER, 1999; GORDAN et al., 1997; HAYAKAWA; KIKUTAKE; NEMOTO, 1998; TOLEDANO et al., 2001), além de serem contraditórios com anos de experiência clínica, que expõem condições de adesão mais favoráveis e confiáveis em esmalte do que em dentina (CARVALHO, 1998; FERRARI et al., 1994; GARONE FILHO, 2000; VAN MEERBEEK et al., 2001).

Essa aparente incoerência pode estar relacionada às variáveis que envolvem o preparo dos cps para microtração, uma vez que esse método, diferentemente dos testes convencionais, envolve o seccionamento seriado do dente restaurado em múltiplas secções, resultando em fatias compostas por uma metade em resina composta e a outra em substrato dentário, unidas pela interface adesiva (PASHLEY et al., 1995). Essas fatias podem ser então entalhadas na interface adesiva com uma ponta de diamante super fina (cps em forma de ampulheta) ou, ainda, novamente seccionadas em cortes perpendiculares aos primeiros (cps em forma de palito) (PASHLEY et al., 1999), variantes já comentadas.

Estudos mais aprofundados devem ser conduzidos para comprovar, ou não, a hipótese de que o modo de preparo dos cps para microtração tem influência sobre os resultados obtidos, já que apenas suposições foram levantadas (BOUILLAGUET et al., 2001a; INOUE et al., 2003; MANNOCCI et al., 2001; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a, 1998b). Análises realizadas com o microscópio eletrônico de varredura (MEV), previamente ao teste de microtração, seriam de grande valia para caracterizar morfológicamente as superfícies dos espécimes, revelando a

presença de efeitos deletérios do modo de preparo sobre esses. No entanto, investigações ao MEV foram procedidas apenas para verificar o modo de fratura dos cps após o teste (ARMSTRONG; BOYER; KELLER, 1998; ARMSTRONG; KELLER; BOYER, 2001; HASHIMOTO et al., 2003a), não avaliando a integridade desses após o preparo e antes do carregamento.

2.1.3 Confecção dos espécimes

2.1.3.1 velocidade de corte

Independentemente do formato dos cps, sucessivos cortes com discos diamantados convencionais sob refrigeração devem ser inicialmente feitos. Alguns autores têm reportado que os espécimes são seccionados com velocidades baixas (ARMSTRONG et al., 2003; INOUE et al., 2001, 2003; SHONO et al., 1999; YOSHIYAMA et al., 1998), sem especificar, contudo, a velocidade exata, o que dificulta a padronização entre diferentes centros de pesquisa.

Reis et al. (2004) verificaram a influência das velocidades de corte, 100, 300 e 500 rotações por minuto (rpm), na resistência de união de cps para microtração em dentina. Apesar dos autores terem detectado significância estatística para o fator velocidade de corte, nem todos os grupos mostraram a mesma tendência, o que dificultou a avaliação do fator puro, impossibilitando assim conclusões mais aprofundadas em relação à influência da velocidade de corte (REIS et al., 2004).

Desta forma, a padronização da velocidade de corte continua indefinida, principalmente por não haverem estudos verificando a influência dessa variável em esmalte. Seria de grande importância avaliar se o aumento da velocidade de corte pode minimizar ou maximizar a indução de estresse nos espécimes, e se há diferença entre os substratos envolvidos, uma vez que materiais com alto módulo de elasticidade, como o esmalte, geralmente falham sob altas concentrações de estresse; o mesmo não acontecendo com materiais com menor módulo de elasticidade, como a dentina (SEHY; DRUMMOND, 2004).

2.1.3.2 equipamento de corte

Desde a introdução do teste de microtração na Odontologia, o seccionamento dos espécimes é feito com discos diamantados, acoplados em máquinas de corte, sob refrigeração constante. Em Engenharia, desde o final da década de 1980, com o desenvolvimento das primeiras cortadeiras por fio impregnado por diamante (ITO; MURATA, 1987; TOKURA; NAKAYAMA; YOSHIKAWA, 1992), materiais friáveis passaram a ser cortados exclusivamente com esses equipamentos, já que garantem uma deflexão mínima e espessura uniforme do material a ser cortado, e reduzem as perdas prematuras. Além disso, o corte ocorre em contato com uma área muito pequena, podendo até ser considerado como um ponto de contato, e não uma área, minimizando o carregamento do fio sobre o espécime (CLARK et al., 2003). Essas vantagens são desejáveis na obtenção dos cps para microtração (BOUILLAGUET et al., 2001a; MANNOCCI et al., 2001; SHIMADA et al., 2002). Não há relatos na

Odontologia, entretanto, da utilização de outros equipamentos, que não o convencional disco diamantado, para tal.

2.1.4 Consideração sobre a obtenção dos valores das unidades amostrais (corpo-de-prova)

Ao contrário dos ensaios convencionais de tração e cisalhamento, o teste de microtração, devido ao processo de obtenção dos cps, gera vários espécimes a partir de um único dente, sendo que alguns podem fraturar durante o corte, impossibilitando sua mensuração de resistência de união. Desta maneira, ainda não foi totalmente definido como considerar a obtenção dos valores das unidades amostrais no teste de microtração. Alguns autores (ARMSTRONG et al., 2003; GUZMAN-ARMSTRONG; ARMSTRONG; QIAN, 2003; INOUE et al., 2001; UNO et al., 2001; XIE; DICKENS; GIUSEPPETTI, 2002) desconsideram os espécimes que fraturam prematuramente, não os incluindo no tratamento estatístico, enquanto outros (PASHLEY et al., 2002; SILVA, 2002; TAY et al., 2003) optam por incluí-los na compilação das médias, atribuindo-lhes valores de resistência de união igual a zero, ou a outros valores arbitrários.

Nesse sentido, Bouillaguet et al. (2001a) encontraram alta incidência de fraturas prematuras, sendo essas igualmente distribuídas entre os grupos, o que, segundo os autores, dá apoio à idéia de que problemas ocasionais relacionados à confecção dos cps causaram essas fraturas. Assim, optaram por excluir esses dados, tornando apenas os cps que sobreviveram como integrantes do grupo amostral. No entanto, dependendo do número de cps perdidos, a eliminação pode,

evidentemente, falsear a realidade (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a, 1998b).

Segundo Armstrong, Keller e Boyer (2001), quando o equipamento de corte é preciso, ou seja, sem vibrações, e o disco bem afiado, a perda é minimizada ou zerada. Essa consideração, no entanto, foi feita analisando-se apenas cps em dentina com formato de palito.

2.2 Variáveis inerentes ao teste de microtração cuja influência não foi estudada nessa tese

Além dos parâmetros mencionados anteriormente, o teste de microtração envolve outras variáveis cujas influências não foram estudadas nessa tese, por já terem sido delimitadas. Merecem, contudo, consideração e serão elucidadas a seguir.

2.2.1 Fixação dos corpos-de-prova

Os cps para microtração são geralmente fixados em dispositivos adaptados que garantem que forças puras de tração sejam transferidas aos espécimes. Bianchi (1999), avaliando a resistência à fratura de cps de resina composta em forma de ampulheta, verificou que a fixação dos cps em um lado tende a produzir resistências menores do que quando a fixação é feita pelos dois lados, por favorecer a

concentração de tensões na região da face fixada no primeiro caso. As diferenças acentuam-se com o aumento da espessura, tornando-se, porém, não significativas em espessuras menores de 1 mm.

Meira et al. (2004) comprovaram os achados de Bianchi (1999). Em um estudo utilizando elementos finitos, demonstraram que a fixação do espécime pelos dois lados, quando estes são em forma de ampulheta, é uma maneira simples e fácil de realizar o teste, reduzindo a concentração de estresse e as variações de K_t induzidas pela geometria destes (MEIRA et al., 2004). Até o presente momento, entretanto, não foram encontrados na literatura estudos que tenham realizado a fixação pelos dois lados do corpo-de-prova.

El Zohairy et al. (2004) levantaram a hipótese de que a relação inversa entre a resistência de união e a área é causada pelo modo de apreensão dos cps para microtração na garra e não pela quantidade de defeitos internos, como proposto por Sano et al. (1994). Os autores construíram barras em resina composta com dimensões de 1x1x10 mm, 1x2x10 mm e 1x3x10 mm de resina composta, e formaram 5 grupos de acordo com o lado fixado, podendo ser pelo lado de 1 mm ou pelo lado com 2 ou 3 mm (Figura 2.3, página 34).

Figura 2.3 - Desenho esquemático do modo de fixação usado por El Zohairy et al. (2004). As superfícies rachuradas em preto indicam o lado pelo qual o espécime foi fixado à garra para o teste de microtração

Os autores (EL ZOHAIY et al., 2004) verificaram que a resistência de união diminuiu significativamente com o aumento da área apenas quando a largura de 1 mm foi mantida fixa na garra, variando-se a espessura do corpo-de-prova. Segundo os autores, o estresse não estava uniformemente distribuído nesses casos de carregamento lateral, estando concentrado próximo aos pontos de fixação do espécime. Assim, quanto menor a espessura, melhor a distribuição do estresse e maiores os resultados de resistência, já que a distância entre a força e a superfície livre oposta torna se menos excêntrica.

No entanto, apesar de nos demais grupos a área de união variar, não houve diferença na resistência de união. Nesses grupos, os cps foram fixados pelo lado do cp com maior dimensão, sendo a largura dos cps sempre constante (1 mm). Assim, a força e a fixação foram feitas nas extremidades, evitando-se uma distribuição não homogenia do estresse. Segundo os autores, porém, esse modo de fixação só é possível com espécimes em forma de ampulheta, concluindo que a melhor opção

para os espécimes em forma de palito é fixá-los lateralmente com a menor espessura possível, uma vez que quanto menor a espessura, mais próxima à superfície livre oposta ficará do eixo de aplicação da carga. No entanto, não definiram qual deveria ser essa espessura, ressaltando somente que a redução da espessura é limitada pelos procedimentos de corte, os quais não devem causar fraturas prematuras.

Nishitani et al. (2005) recentemente demonstraram essa mesma relação de distribuição não uniforme do estresse quando os cps em formato de palito são carregados excentricamente, sugerindo, porém, o uso de carregamentos concêntricos para uma melhor distribuição do estresse, como o dispositivo de testes da empresa Bisco (NISHITANI et al., 2005).

2.2.2 Velocidade de tracionamento do corpo-de-prova

Inicialmente acreditava-se que a velocidade de tracionamento durante um teste mecânico pode influenciar nos valores de resistência de união e, assim, esse parâmetro também deveria ser padronizado. Iwasaki et al. (2003) testaram a influência das velocidades 0,5, 1,0, 5,0 e 10 mm/min e Reis, de Oliveira Bauer e Loguercio (2004) das velocidades 0,1, 0,5, 1,0, 2,0 e 4,0 mm/min, nos resultados de microtração em dentina, porém, concluíram que esse pode ser um fator negligenciado (IWASAKI et al., 2003), por não terem encontrando diferenças significantes entres os grupos (IWASAKI et al., 2003; REIS; DE OLIVEIRA BAUER; LOUGUERCIO, 2004).

2.2.3 Unidade Experimental

Como é possível obter vários cps com um único dente com o teste de microtração, divergências em relação ao que se considera como unidade experimental foram constatadas na literatura. Alguns autores consideram o dente como unidade experimental (DE MUNCK et al., 2003b; GORACCI et al., 2004a; REIS; DE OLIVEIRA BAUER; LOUGUERCIO, 2004; SADEK; TAVARES; CARDOSO, 2003; URABE et al., 2000), enquanto outros consideram cada corpo-de-prova (BOUILLAGUET et al., 2001a; BOUILLAGUET et al., 2001b; PAUL et al., 1999; SHONO et al., 1999). Dentre estes últimos, há aqueles que realizam análises de regressão linear para verificar se o dente de origem teve influência significativa, e em não havendo, calculam as médias por corpo-de-prova (BOUILLAGUET et al., 2003; GORACCI et al., 2005; GORACCI et al., 2004b).

No entanto, é importante advertir que sempre que a unidade experimental não coincidir com a totalidade da superfície que recebeu o tratamento restaurador, a aleatoriedade não é perfeita, já que para tal, todos os cps obtidos pelo corte de uma superfície restaurada devem pertencer à mesma unidade experimental.

O problema dessa falta de aleatoriedade é mais crítico quando os autores utilizam um número pequeno de dentes para uma determinada condição experimental (HASHIMOTO et al., 2003a; PAUL et al., 1999). Chappell et al. (1997) determinaram, através de uma análise de variância, que 27 secções separadas ou 6 dentes são necessários para satisfazer os limites de $\alpha=0,01$ e $power=0,80$ com uma diferença de 20% entre as médias. Nesse estudo, contudo, não foi encontrada diferença estatística significativa entre os dentes (CHAPPELL et al., 1997), o que geralmente acontece (TAY et al., 2003), e assim limitando a sua determinação. Além

do mais, com a técnica de obtenção dos cps em forma de palitos, muitas vezes é possível obter 27 palitos com um único dente. Consequentemente, o problema da falta de aleatoriedade torna-se mais crítico, como já comentado, sendo que as conclusões do estudo podem ser afetadas pelo tratamento estatístico, ao se considerar, equivocadamente, cada cp como um espécime independente (ECKERT; PLATT; RHODES, 2005).

2.3 Síntese

Embora os pesquisadores procurem padronizar os procedimentos realizados durante um estudo com o teste de microtração, algumas variáveis ainda não foram completamente estudadas. Desta forma, ainda não se sabe o quanto estas podem influenciar nos valores de resistência nominal obtidos. Os parâmetros estudados nessa tese referem-se ao substrato dental envolvido, ao tipo de sistema adesivo utilizado, à forma e área dos corpos-de-prova, à velocidade usada durante os procedimentos de corte, ao equipamento de corte utilizado e, até mesmo, como considerar a obtenção dos valores das unidades amostrais.

Dependendo do grau de influência que esses parâmetros exercem sobre os resultados, a mensuração da resistência real pode estar sendo pouco representativa. Em decorrência, erros de interpretação podem estar se perpetuando, sendo esta uma possível causa das discrepâncias encontradas entre os diferentes pesquisadores.

3 PROPOSIÇÃO

Verificar, através dos valores de resistência de união e das características morfológicas superficiais dos corpos-de-prova, a influência das variáveis experimentais: sistema adesivo, formato e área dos corpos-de-prova, velocidade de corte, equipamento de corte e definição do grupo amostral no tratamento estatístico, sobre os resultados obtidos em ambos os substratos dentais coronários (esmalte e dentina) pelo teste de microtração.

4 MATERIAL E MÉTODOS

A realização de todos os ensaios pertencentes a essa tese foi aprovada pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (CEP-FOUSP), pela Comissão Nacional de Ética em Pesquisa (CONEP), ou pelo “Comitato Etico dell’Università di Siena”, Itália, cujos pareceres encontram-se em anexo (Anexos A-D). Todos os procedimentos comuns aos experimentos serão descritos uma única vez, evitando repetições desnecessárias.

Apenas terceiros molares humanos não irrompidos, num total de 162 dentes, extraídos por razões ortodônticas, foram utilizados devido à menor probabilidade de estarem trincados (HAYASHI, 1994). Imediatamente após a exodontia, os dentes foram limpos com curetas periodontais, secos e observados em um microscópio estereoscópico (Baush & Lomb) com 25 x de aumento para confirmar a ausência de defeitos e trincas pré-existentes, sendo em seguida armazenados, por no máximo três meses, em solução de cloramina T a 0,5% a 4°C para prevenir crescimento bacteriano. Previamente à realização dos ensaios, os dentes foram removidos da solução desinfetante, lavados abundantemente e armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C.

Em todas as etapas desse estudo, a adesão de sistemas adesivos a ambos os substratos coronários, dentina e esmalte, foi estudada, verificando-se a resistência de união, através do teste de microtração, assim como a integridade dos cps, previamente à realização de ensaio mecânico, através de microscopia eletrônica de varredura.

4.1 Preparação do substrato dental

4.1.1 Dentina

Para que a adesão à dentina pudesse ser estudada [grupo D], os dentes selecionados foram embutidos em tubos de PVC (Tigre), com resina acrílica incolor quimicamente ativada (JET Clássico®) na proporção 1:1, cuidando para que o limite amelodentinário ficasse 3 mm acima da resina de embutimento (Figura 4.1 A, página 41). Após a polimerização da resina acrílica, o tubo de PVC foi fixado à máquina de corte Labcut 1010 (Extec Corp.) de maneira que o dente ficasse perpendicular ao disco de corte diamantado 12205 (Extec Corp.) acoplado à cortadeira (Figura 4.1 B, página 41). Assim, o terço oclusal dos dentes puderam ser seccionados sob refrigeração, expondo uma superfície dentinária plana totalmente livre de esmalte oclusal (Figura 4.2 A, página 41). O esmalte periférico foi removido com uma ponta de diamante, número 3100 (KG Sorensen), montada numa caneta de alta rotação sob refrigeração (Figura 4.2 B, página 41), para que uma suposta adesão a esse esmalte remanescente não interferisse nos resultados.

Figura 4.1 - A) Dente embutido com o limite amelodentinário 3 mm acima da resina de embutimento para estudo da adesão à dentina. B) Dente fixado perpendicularmente ao disco diamantado acoplado à máquina de corte Labcut 1010 para remoção do terço oclusal

Figura 4.2 - A) Superfície plana em dentina dos dentes do grupo D após remoção do esmalte oclusal. B) remoção do esmalte periférico com uma ponta de diamante em alta-rotação

As superfícies de dentina foram examinadas ao microscópio estereoscópico (Baush & Lomb) com 25 x de aumento para assegurar a ausência de esmalte. Em seguida, as superfícies dentinárias (Figura 4.3 A, página 42) foram asperizadas com lixas d'água de carbeto de silício de granulação decrescente sob refrigeração, de modo que uma camada de esfregaço padrão fosse criada. Lixas de granulação 220, 320 e 400 foram usadas na sequência, cada uma por 10 segundos e, finalmente, lixa 600 por 60 segundos, sempre rotacionando o dente em 90° (Figura 4.3 B, página 42).

Figura 4.3 - A) Superfície plana em dentina totalmente livre de esmalte. B) Asperização da superfície para criação de uma camada de esfregaço padrão

4.1.2 Esmalte

Nos dentes em que a adesão ao esmalte era o objeto do estudo [grupo E], uma superfície proximal da coroa dental foi asperizada com lixa d'água de carbeto de silício de granulação 180 (Figura 4.4 A, página 43) até que uma superfície plana, toda em esmalte, fosse obtida (Figura 4.4 B, página 43). Essa foi examinada ao microscópio estereoscópico (Baush & Lomb) com 25 x de aumento para confirmar a presença apenas de esmalte e asperizada da mesma maneira e com a mesma seqüência que a dentina, padronizando a camada de esfregaço criada (Figura 4.3 B).

Figura 4.4 - A) Asperização de uma superfície proximal para da obtenção de uma superfície plana em esmalte dos dentes do grupo E (B)

4.2 Variáveis experimentais avaliadas

Após a obtenção das superfícies desejadas, os dentes foram lavados em água corrente e suavemente secos com ar comprimido, sendo imediatamente usados nos respectivos ensaios.

Os testes foram organizados de forma que algumas variáveis experimentais pudessem ser isoladas e suas respectivas influências estudadas separadamente, e terão suas metodologias individualmente descritas a seguir.

4.2.1 Influência do substrato dental e do tipo de sistema adesivo

Nesse experimento, 28 dentes foram aleatoriamente selecionados, sendo 14 preparados para avaliar a adesão de diferentes tipos de sistemas adesivos à dentina, grupo [D], e 14 para avaliar essa adesão ao esmalte, grupo [E].

Cada grupo experimental foi então dividido aleatoriamente em 2 sub-grupos, de acordo com o tipo de sistema adesivo a ser utilizado. O material Excite (Ivoclar-Vivadent) foi usado como representante da família dos sistemas adesivos “total-etch” de frasco único, que preconiza a utilização de ácido fosfórico previamente à aplicação do adesivo. Já o material Clearfil SE Bond (Kuraray Medical Inc.) foi escolhido por pertencer à família dos adesivos com primer auto-condicionante, que dispensa a aplicação prévia de ácido fosfórico, por condicionar a superfície através de monômeros acídicos incorporados ao “primer”, sendo esta etapa seguida pela aplicação do “bond”. Os dois sistemas foram usados conforme as recomendações dos respectivos fabricantes (Tabela 4.1, página 45).

Após a aplicação dos sistemas adesivos, um bloco de resina composta Tetric Ceram (Ivoclar-Vivadent), com dimensões aproximadas de 5x5x5 mm, foi construído na superfície preparada através da técnica incremental (Figura 4.5), sendo cada camada, de aproximadamente 1 mm, fotoativada por 40 segundos com o aparelho fotopolimerizador Optilux 401 (Demetron Research Corp.) com intensidade de 600 mW/cm².

Figura 4.5 - Blocos de resina composta construídos sobre as superfícies preparadas, dentina (A) e esmalte (B)

Tabela 4.1 – Sistemas adesivos utilizados, fabricantes, números de lote e respectivos métodos de aplicação*

Sistema Adesivo (nº de lote)	Condicionamento	“Primer”	Adesivo	Foto-ativação
Excite Ivoclar Vivadent (F57668)	Aplicar ácido fosfórico por 15 s, remover com vigoroso spray d’água por no mínimo 5 s e secar levemente com jato de ar.	Sature a superfície dental com Excite com um “microbrush”, agite-o por 10 segundos e faça evaporar as substâncias voláteis e torne a película de adesivo uniforme com um leve jato de ar por 1-3 segundos a 5 mm da superfície preparada.		20 segundos
Clearfil SE Bond Kuraray Medical (41149)	Aplicar o “primer” com um “microbrush” e deixar agir por 20 segundos evitando contaminação e fazer evaporar as substâncias voláteis com um leve jato de ar.		Aplicar o “bond” com “microbrush” e uniformizar a película adesiva com delicado jato de ar.	10 segundos

* Instruções literalmente reproduzidas das respectivas bulas.

Após 24 horas de armazenamento em água destilada a 37⁰C, cada bloco dente/adesivo/resina foi seccionado sob refrigeração constante com um disco de corte diamantado novo acoplado à máquina de corte Labcut 1010 em planos paralelos, seguindo o longo eixo do dente nos dentes do grupo D (Figura 4.6 A, página 46) e perpendicularmente ao longo eixo do dente nos dentes do grupo E (Figura 4.6 B, página 46). Posteriormente, corte seqüenciais, perpendiculares aos

primeiros, foram feitos, obtendo-se cps em forma de palito (Figura 4.6 C), com área de secção transversal de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$. Para que o seccionamento dos cps pudesse ser feito, os tubos de PVC com os dentes do grupo D foram fixados a um dispositivo adaptado ao suporte em L da máquina de corte Labcut 1010, de maneira que o dente ficasse paralelo ao disco de corte (Figura 4.6 A). Já os dentes do grupo E foram fixados com cera pegajosa (Kota) perpendicularmente ao disco de corte (Figura 4.6 B).

Figura 4.6 - Seccionamento em planos paralelos seqüenciais, seguindo o longo eixo do dente nos dentes do grupo D (A) e perpendicularmente ao longo eixo do dente nos dentes do grupo E (B), obtendo-se cps em forma de palito (C)

Cada corpo-de-prova (cp) foi cuidadosamente observado no microscópio estereoscópico (Baush & Lomb) com 25 x de aumento para verificar se a interface adesiva estava perpendicular ao longo eixo do cp, já que esta é uma condição

necessária para que apenas forças de tração sejam aplicadas, evitando componentes de torção indesejáveis. Todos os espécimes que apresentaram interface adesiva inclinada em relação ao longo eixo do cp foram descartados. Um total de 164 cps em dentina e 137 em esmalte foram considerados viáveis. Desses, 20 de cada variável experimental foram aleatoriamente selecionados para análise microscópica. Desta forma, um total de 80 cps, 40 em dentina e 40 em esmalte, foi processado para as observações em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os demais tiveram a resistência de união testada através do teste de microtração.

4.2.1.1 microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Os cps selecionados para MEV foram parcialmente descalcificados em solução de ácido fosfórico a 36% por 10 segundos, desproteinizados com solução de hipoclorito de sódio a 2% por 60 segundos e lavados em água corrente. Em seguida, estes foram desidratados em concentrações crescentes de álcool (30, 50, 70, 90 e 100%) e tratados em aparelho de ponto crítico (CPD 030). Após esses procedimentos, cada cp foi cuidadosamente colado em “stub” de alumínio, coberto com ouro em um metalizador Edwards Coater S150B (Edwards Ltd.) e observado em um microscópio eletrônico de varredura Philips 515 (Philips Co.).

Foram obtidas fotomicrografias em diferentes aumentos padronizados. Com os menores aumentos, foi possível ter uma visão geral de cada cp, enquanto as fotomicrografias com os aumentos maiores revelaram a qualidade da interface adesiva, assim como os diversos defeitos estruturais presentes nos espécimes. Esses foram classificados como microfraturas na resina composta (RC), na camada

adesiva (CA), na camada híbrida (CH), no substrato dentinário (SD) ou no esmalte (SE). Espaços e discontinuidades também foram classificados de acordo com a sua localização, podendo estar na interface entre a resina composta e o adesivo (RC-CA), entre o adesivo e o topo da camada híbrida (CA-CH), entre a porção inferior da camada híbrida e o substrato dentinário (CH-SD) ou entre a porção inferior da camada híbrida e o esmalte (CH-SE). As características da camada híbrida e a penetração dos monômeros no substrato dentinário (“tags”) também foram observadas. Todos os defeitos foram avaliados e contabilizados.

4.2.1.2 teste de microtração

Previamente ao ensaio de microtração, cada cp teve sua largura e espessura medidas com o auxílio de um paquímetro digital com precisão de 0,01 mm (Paquímetro Eletrônico Digital 227 - Starret). As extremidades dos cps foram cuidadosamente coladas com Super Bonder® gel (Henkel Loctite) a paquímetros adaptados e desenvolvidos para a realização do teste de microtração (BIANCHI, 1999). O conjunto foi fixado em uma máquina de ensaios universais (Kratos Dinamômetros) e tracionado a uma velocidade de 0,5 mm/min, até que a fratura ocorresse. Nesse momento, o valor da carga de ruptura em kilogramas era registrado e o cp observado no microscópio estereoscópico (Bausch&Lomb) com 25 x de aumento, para verificar o tipo de fratura, classificada como adesiva, coesiva em dentina ou esmalte, ou coesiva em resina. Apenas os espécimes que apresentaram fratura adesiva foram usados no cálculo da resistência de união. Para tal, a carga de

ruptura de cada cp foi dividida por sua área de união. Os resultados obtidos foram convertidos para Mega Pascal (MPa).

Cada dente foi considerado como uma unidade amostral (um corpo-de-prova) e, assim, todos os cps de um mesmo dente deram origem a um único valor. Portanto, a média de cada condição experimental foi resultado proveniente de 7 valores. As diferenças na resistência de união entre os 4 grupos experimentais foram analisadas estatisticamente através de uma análise de variância de 2 fatores e teste de Tukey com nível de significância de 5%.

4.2.2 Influência do formato e área dos corpos-de-prova de acordo com o substrato dental

Nesse experimento foi feito um confronto direto entre os dois tipos de cps mais utilizados para o teste de microtração (ampulheta e palito), variando a espessura, em ambos os substratos coronários, dentina e esmalte. Para tal, foram utilizados 64 molares humanos íntegros, sendo novamente a metade (n=32) preparada para avaliar a adesão à dentina [D] e a outra metade ao esmalte [E].

Um único sistema adesivo (Clearfil SE Protect Bond - Kuraray Medical Inc.) foi utilizado. O modo de aplicação, semelhante a do adesivo Clearfil SE Bond, já descrito na Tabela 4.1, página 45, seguiu as recomendações do fabricante. A construção dos blocos em resina também foi feita como descrito anteriormente no item 4.2.1, página 44. Decorridas 24 horas de armazenamento em soro fisiológico a 37°C, os dentes foram aleatoriamente divididos em 16 sub-grupos (n=4) de acordo

com o formato (ampulheta ou palito) e com a área de união (0,5 x 0,5 mm, 1,0 x 1,0 mm, 1,5 x 1,5 mm ou 2,0 x 2,0 mm) dos espécimes a serem obtidos.

Independentemente do substrato utilizado, metade dos dentes foi seccionada, sob refrigeração constante com um disco de corte diamantado novo, acoplado à máquina de corte Labcut 1010, em várias fatias. A espessura dessas fatias variou entre 0,5 mm, 1,0 mm, 1,5 mm e 2,0 mm, de acordo com o grupo experimental. Nos dentes do grupo D, o seccionamento seguiu o longo eixo do dente e nos dentes do grupo E, foi feito perpendicularmente ao longo eixo do dente. Essas fatias foram então entalhadas em ambos os lados na interface adesiva, com uma ponta de diamante número 2214 FF (KG Sorensen) de 0,96 mm de diâmetro, montada em uma caneta de alta rotação (Kavo) sob refrigeração (Figura 4.7 A), até se obter os cps em forma de ampulheta (Figura 4.7 B) com área final da interface adesiva com 0,5 x 0,5 mm, 1,0 x 1,0 mm, 1,5 x 1,5 mm ou 2,0 x 2,0 mm.

Figura 4.7 - Preparação do entalhe na interface adesiva (A) para obtenção dos cps em forma de ampulheta (B)

Os demais dentes, após serem seccionados em fatias, como descrito acima, foram rotacionados 90° e novamente seccionados em planos perpendiculares, com a mesma espessura, aos primeiros, obtendo-se os cps em forma de palito, também com secção transversal de aproximadamente 0,5 x 0,5 mm, 1,0 x 1,0 mm, 1,5 x

1,5 mm ou 2,0 x 2,0 mm. Assim, foram formadas as 16 condições experimentais apresentadas na Tabela 4.2. O número de cps que fraturaram prematuramente durante a confecção foi registrado e seu percentual calculado.

Os cps íntegros foram cuidadosamente avaliados em microscópio estereoscópico (Baush & Lomb) com 25 x de aumento para verificar se a interface adesiva estava perpendicular ao longo eixo do espécime. Todos aqueles que apresentaram interface adesiva inclinada em relação ao seu longo eixo foram descartados.

Tabela 4.2 - Condições experimentais avaliadas para verificar a influência do formato e da área dos corpos-de-prova no teste de microtração

Substrato	Formato do corpo-de-prova	Dimensões do corpo-de-prova
Esmalte	Ampulheta	0,5 x 0,5 mm
		1,0 x 1,0 mm
		1,5 x 1,5 mm
		2,0 x 2,0 mm
	Palito	0,5 x 0,5 mm
		1,0 x 1,0 mm
		1,5 x 1,5 mm
		2,0 x 2,0 mm
Dentina	Ampulheta	0,5 x 0,5 mm
		1,0 x 1,0 mm
		1,5 x 1,5 mm
		2,0 x 2,0 mm
	Palito	0,5 x 0,5 mm
		1,0 x 1,0 mm
		1,5 x 1,5 mm
		2,0 x 2,0 mm

Três cps de cada condição experimental foram aleatoriamente selecionados para a análise em MEV e preparados como descrito no item 4.2.1.1, página 47. As visualizações foram feitas com aumentos padronizados e os defeitos estruturais foram apenas observados e não classificados e contabilizados como anteriormente.

Os demais cps tiveram a resistência de união testada através do teste de microtração também como descrito no item 4.2.1.2, página 48. Para a análise estatística, foram aplicados os testes de análise de variância de 3 fatores (substrato, formato e espessura) e Bonferroni. Além disso, a correlação entre a espessura dos espécimes e os resultados de resistência de união foi testada através do teste de correlação de Spearman. Para todas as análises, o nível global de significância foi fixado em 5%.

4.2.3 Influência da velocidade de corte de obtenção dos corpos-de-prova em ambos os substratos dentais

Nesse ensaio, a influência da velocidade de corte de obtenção dos corpos-de-prova para microtração foi avaliada em ambos os substratos dentários, dentina e esmalte. As velocidades analisadas variavam entre 100 RPM e 400 RPM e, para tal, trinta dentes foram aleatoriamente selecionados, sendo 15 usados para verificar a adesão à dentina e os outros 15 para o esmalte. A preparação da superfície de adesão foi realizada, como já descrito anteriormente, porém o corte do terço oclusal para expor uma superfície plana em dentina foi feito com a máquina de corte Isomet (Buehler) e a padronização da camada de esfregaço foi criada apenas com lixas d'água de carbetto de silício de granulação 180 por 20 segundos sob refrigeração.

Sobre as superfícies preparadas, o adesivo “total-etch” Excite (Ivoclar-Vivadent) foi aplicado seguindo as recomendações do fabricante (Tabela 4.1, página 45), e os blocos de resina composta (Tetric Ceram – Ivoclar-Vivadent) construídos como já descrito no item 4.2.1, página 44.

Após o armazenamento em água destilada por 24 horas, os dentes foram aleatoriamente divididos em 3 sub-grupos ($n=5$) de acordo com a velocidade de corte a ser usada para a obtenção dos corpos-de-prova: 100, 200 e 400 rotações por minuto (rpm). Os cortes foram feitos, sob refrigeração, com um disco de corte de diamante novo, acoplado à máquina de corte Isomet (Buehler). Independentemente da velocidade utilizada, cps em forma de palito com área de secção transversal de 1 mm^2 foram obtidos como já indicado no experimento 4.2.1.2, página 48.

Cinco cps de cada condição experimental foram aleatoriamente selecionados e preparados para a análise em MEV. A preparação envolveu limpeza da superfície dos cps com uma descalcificação parcial em solução de ácido fosfórico a 36% por 5 segundos, lavagem abundante e secagem em sílica por 24 horas. A cobertura com ouro foi realizada no metalizador Polaron Range SC7620 (Quorum Technologies) e os cps observados no microscópio eletrônico de varredura Jeol JSM 6060 LV (JEOL). Foram feitas fotomicrografias com aumentos padronizados, sendo os defeitos estruturais apenas observados e não classificados e contabilizados como descrito para o experimento 4.2.1.1, página 47.

Os demais cps tiveram a resistência de união testada através do teste de microtração também como delineado no item 4.2.1.2, página 48. Estes tiveram suas extremidades cuidadosamente coladas com Super Bonder® gel (Henkel Loctite) ao dispositivo de Geraldini (PERDIGAO et al., 2002), que foi colocado em uma unidade Bencor, sendo esta acoplada à máquina de ensaios universais Triax digital 50

(Controls). Após a fratura, as interfaces de ruptura foram analisadas no microscópio estereoscópico modelo 102 (Nikon) com 40 x de aumento, e classificadas como adesiva ou coesiva em esmalte ou dentina ou coesiva em resina. Dentre os cps testados, apenas aqueles que apresentaram fratura adesiva foram usados no cálculo da resistência de união. Através do teste de homogeneidade das variâncias verificou-se que a variância dos espécimes de dentina foi significativamente maior do que a variância observada nos espécimes em esmalte. Assim, duas análises de variância de 1 fator foram realizadas, sendo estas agrupadas separadamente por substrato. Em uma delas, os cps que fraturaram prematuramente foram desconsiderados e, na outra, estes foram incluídos na análise como valor de resistência de união igual a zero. Quando necessário, o teste de Tukey a 5% foi utilizado para comparação entre as médias. A significância foi determinada como $p < 0,05$.

4.2.4 Influência do equipamento de corte e formato dos corpos-de-prova em esmalte e dentina.

Nesse experimento, equipamentos de corte diferentes (disco ou fio impregnados por diamante) foram avaliados, obtendo-se ambos os formatos de cps comumente utilizados em microtração (ampulheta e palito). Para isso, 40 dentes foram aleatoriamente selecionados, sendo 20 preparados para avaliar a adesão à dentina [grupo D], e 20 ao esmalte [grupo E].

Sobre as superfícies preparadas, o adesivo “total-etch” Excite (Ivoclar-Viavent) foi aplicado seguindo as recomendações do fabricante (Tabela 4.1,

página 45), e os blocos de resina composta (Tetric Ceram – Ivoclar-Vivadent) construídos como já descrito no item 4.2.1, página 44.

Após o armazenamento em água destilada por 24 horas, metade dos dentes de cada grupo foi seccionada com um disco de corte de diamante novo acoplado a máquina de corte Labcut 1010 (Extec Corp.) (Figura 4.8 A e Figura 4.9 A) e a outra metade com um fio impregnado por diamante, recém trocado, montado na máquina de corte por fio modelo 3242 (Well Diamond Wire Saws) (Figura 4.8 B e Figura 4.9 B).

Figura 4.8 - Equipamentos de corte. A) Labcut 1010 com disco diamantado e B) Well Diamond Wire 3242 com fio impregnado por diamante

Figura 4.9 - Foto em detalhe do corte com o equipamento com disco diamantado (A) e com o fio impregnado por diamante (B)

Cinco dentes de cada subgrupo foram seccionados apenas em fatias através de cortes seqüenciais de 1 mm em um único sentido (seguindo o longo eixo do dente nos dentes do grupo D e perpendicularmente ao longo eixo do dente nos dentes do grupo E). Essas fatias foram então conformadas em ampulhetas, com área final da interface adesiva com 1 mm^2 , como descrito no item 4.2.2, página 50. Os outros cinco dentes de cada sub-grupo foram seccionados em forma de palito, também com área de secção transversal de 1 mm^2 . Todos os procedimentos de corte foram realizados sob refrigeração constante. Os diferentes equipamentos utilizados e os diferentes formatos de cps obtidos resultaram na formação de 8 condições experimentais (n=5) (Tabela 4.3).

Tabela 4.3 - Condições experimentais avaliadas para verificar a influência do equipamento de corte e do formato dos corpos-de-prova no teste de microtração

Substrato	Equipamento de corte	Formato do corpo-de-prova
Esmalte	Disco	ampulheta
		palito
	Fio	ampulheta
		palito
Dentina	Disco	ampulheta
		palito
	Fio	ampulheta
		palito

Três cps de cada condição experimental foram aleatoriamente separados e preparados para análise em MEV. Nesse ensaio, a preparação seguiu a descrição

feita no item 4.2.1.1, página 47, porém a descalcificação foi feita com solução de ácido fosfórico a 50% por apenas por 5 segundos. Após isto, os espécimes foram lavados e armazenados em sílica por 24 horas. A cobertura com ouro foi realizada no metalizador Polaron Range SC7620 (Quorum Technologies) e os cps observados no microscópio eletrônico de varredura Jeol JSM 6060 LV (JEOL) com diferentes aumentos padronizados.

Os demais cps tiveram a resistência de união testada através do teste de microtração como delineado no item 4.2.1.2, página 48, porém a máquina de ensaios universais usada foi a Instron modelo 5565 (Instron Corporation Headquarters). Após a fratura, o modo de ruptura foi analisado no microscópio estereoscópico em 25 x de aumento (Bausch & Lomb), e classificado como adesiva ou coesiva em esmalte ou dentina ou coesiva em resina. Dentre os cps testados, apenas aqueles que apresentaram fratura adesiva foram usados no cálculo da resistência de união.

Para a análise estatística, inicialmente realizou-se o teste de Fisher para verificar a significância entre a frequência de fraturas prematuras em dentina e esmalte. Essa significância foi constatada, e assim optou-se por analisar os substratos separadamente. Dessa forma, 2 análises de variância de 3 fatores foram realizadas, considerando-se como fatores principais o formato dos cps, o equipamento de corte utilizado e a exclusão ou inclusão das fraturas prematuras. Neste último caso, as fraturas prematuras foram incluídas como valor de resistência de união igual a zero. O teste de Tukey a 5% foi utilizado para comparação entre as médias de fatores ou interações significantes. A significância foi determinada como $p < 0,05$.

5 RESULTADOS

5.1 Verificação da influência do substrato dental e do tipo de sistema adesivo

Nesse experimento não ocorreram fraturas prematuras durante o corte para a obtenção dos cps. No entanto, alguns espécimes apresentaram interface adesiva inclinada em relação ao longo eixo do cp e foram descartados. Assim, um total de 164 corpos-de-prova em dentina e 137 em esmalte foram considerados adequados para serem ensaiados.

5.1.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Pela análise em MEV foi possível observar, em todos os espécimes avaliados, uma boa adaptação, independente do sistema adesivo, entre a resina composta e o substrato dentário.

Ambos os adesivos garantiram um íntimo contato com o substrato dentinário, e uma penetração uniforme dos monômeros resinosos pelos túbulos dentinários (Figura 5.1, página 59). Pela Figura 5.1 também é possível observar uma grande diferença na espessura das camadas adesivas obtidas com os diferentes sistemas; o Clearfil SE mostrou uma camada adesiva mais espessa (20 μm) que o Excite (8,5 μm). Já em relação à formação da camada híbrida, é possível notar que esta se encontra bem definida em ambos os casos, no entanto, com espessuras diferentes

entre os adesivos estudados: o sistema Clearfil SE Bond produziu uma camada híbrida mais fina ($0,8\ \mu\text{m}$) do que a observada com o adesivo Excite ($2,5\ \mu\text{m}$). Além disso, é possível notar que o diâmetro dos “tags” é diferente, sendo aqueles formados pelo adesivo Excite mais espessos do que os formados pelo Clearfil SE (Figura 5.2).

Figura 5.1 - Fotomicrografia da interface adesiva em dentina em 3.500 vezes, destacando a espessura da camada adesiva (setas). A) com o sistema adesivo Excite e B) com o Clearfil SE Bond

Figura 5.2 - Fotomicrografia da interface adesiva em dentina em 20.000 vezes, evidenciando a espessura da camada híbrida (setas) e o diâmetro dos “tags”. A) Camada híbrida e “tag” obtidos com o sistema adesivo Excite e B) Camada híbrida e “tag” obtidos com o Clearfil SE Bond. R – resina composta, H – camada híbrida, D – dentina e T – “tags”

Em esmalte, uma boa adaptação e íntimo contato também foram observados com ambos os sistemas adesivos (Figura 5.3, página 60).

Figura 5.3 - Fotomicrografia da interface adesiva (setas) em esmalte em 10.000 vezes. A) com o adesivo Excite e B) com o Clearfil SE Bond. R – resina composta, E - esmalte

Muito mais relevante do que esse íntimo contato obtido entre ambos os substratos dentários e os dois sistemas adesivos foi a constatação de que poucos espécimes observados estavam totalmente livres de defeitos estruturais. Os cps que apresentaram boa integridade superficial tinham como substrato a dentina (Figura 5.4, página 61), diferentemente do que ocorreu em esmalte (Figura 5.5, página 61).

Dentre os defeitos observados, os mais comumente encontrados foram: microtrincas no esmalte (Figura 5.6, página 61) e fraturas, geralmente localizadas nos ângulos externos dos cps em esmalte (Figura 5.5 e Figura 5.8, página 61). Alguns cps em dentina também apresentaram microtrincas no substrato dentinário e/ou na região da camada híbrida (Figura 5.7, página 61). Além disso, outros tipos de defeitos foram notados, como microespaços entre o esmalte e a resina (Figura 5.6, página 61), ou entre a camada híbrida e a resina (Figura 5.7, página 61), e bolhas na resina composta (Figura 5.9, página 61).

Figura 5.4- Fotomicrografia em aumento pequeno (65x) que forneceu uma visão geral de um cp em dentina com boa integridade superficial. R – resina composta, D – dentina

Figura 5.5 - Fotomicrografia em aumento pequeno (60x) de um cp em esmalte, mostrando defeitos no substrato (círculo) e na interface (seta). R – resina composta, E - esmalte

Figura 5.6 - Fotomicrografia de um cp em esmalte (1000x), evidenciando microtrincas no esmalte (asteriscos) e espaços na interface adesiva (seta). R – resina composta, E - esmalte

Figura 5.7 - Fotomicrografia de um cp em dentina (1000x), exibindo trincas (setas) e microbolhas (círculo) próximas à camada híbrida/dentina. R – resina composta, H - camada híbrida, D – dentina

Figura 5.8 - Defeitos localizados nos ângulos externos (círculos) de um cp em esmalte (100x). R – resina composta, E - esmalte

Figura 5.9 - Fotomicrografia de um cp mostrando bolha (círculo) na resina composta (130x). R – resina composta, E - esmalte

Todos os defeitos observados foram avaliados e contabilizados de acordo com a sua localização, estando resumidos na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 - Frequência e localização dos defeitos estruturais observados em microscopia eletrônica de varredura

Substrato	Adesivo	SE SD	CA CH	CA-CH	CA-RC	CH-SD CH-SE	RC	Defeito no substrato
Dentina	Clearfil SE	4	-	25	4	32	3	-
	Excite	5	-	22	2	34	5	-
Esmalte	Clearfil SE	14	-	30	4	20	4	1
	Excite	10	-	15	4	23	3	3

Pode se observar que defeitos foram mais freqüentemente observados na interface adesiva e no esmalte propriamente dito (SE) dos cps em esmalte do que no substrato dentinário (SD). Não foram encontrados defeitos na camada adesiva (CA), nem na camada híbrida (CH), mas sim entre essas duas camadas (CA-CH), ou entre a camada adesiva e a resina composta (CA-RC), ou entre a camada híbrida e o substrato dentário (CH-SD ou CH-SE) (Figura 5.7, página 61), e até mesmo na própria resina composta (RC) (Figura 5.9, página 61). Defeitos no substrato propriamente dito foram encontrados apenas quando o substrato envolvido era o esmalte (Figura 5.5, Figura 5.6 e Figura 5.8, página 61).

5.1.2 Teste de microtração

As médias de resistência de união e os desvios-padrão, em MPa, dos quatro grupos experimentais testados podem ser observadas no Gráfico 5.1.

Gráfico 5.1 - Médias de resistência de união e desvios-padrão, em MPa, dos 4 grupos experimentais avaliados no item 4.1.2. Semelhanças estatísticas estão indicadas pela mesma letra

É possível notar que não houve diferença estatística entre os sistemas adesivos estudados, nem entre os substratos ($p > 0,05$). Os desvios-padrão encontrados foram baixos, variando entre 4,7 e 7,7, confirmando a baixa variabilidade inerente ao teste de microtração.

5.2 Verificação da influência do formato e área dos corpos-de-prova de acordo com o substrato dental

5.2.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise em MEV mostrou linhas de fratura, frequentemente encontradas, na interface adesiva juntamente à área de ação da broca durante o entalhe, nos cps em forma de ampulheta (Figura 5.10 e Figura 5.11). Essas foram encontradas em todos os cps em esmalte e na grande maioria (70%) dos espécimes em dentina. Já os cps em forma de palito apresentaram, em geral, melhor integridade superficial.

Figura 5.10 - Fotomicrografia de um cp em dentina em forma de ampulheta com linha de fratura na interface adesiva (seta) (25x). R - resina composta, D - dentina

Figura 5.11 - Fotomicrografia de um cp em esmalte em forma de ampulheta com linha de fratura na interface adesiva (seta) (27x). R - resina composta, E - esmalte, D - dentina

Independente do formato e da área dos cps, novamente defeitos e trincas foram mais comumente encontrados em esmalte (Figura 5.12, página 65) do que em dentina (Figura 5.13, figura 65).

Figura 5.12 - Fotomicrografia de um cp em esmalte com trincas e arrancamento de esmalte (50x). R - resina composta, E - esmalte

Figura 5.13 - Fotomicrografia evidenciando a integridade do tecido dentinário (60x). R - resina composta, D - dentina

5.2.2 Teste de Microtração

Os valores médios de resistência de união e os desvios-padrão, em MPa, dos 16 grupos experimentais podem ser observados no Gráfico 5.2.

Gráfico 5.2 - Médias de resistência de união e desvios-padrão, em MPa, dos 16 grupos experimentais avaliados no item 4.2.2

Ainda que um único sistema adesivo tenha sido utilizado, é possível observar que diversos valores de resistência de união foram encontrados, variando de acordo com o formato e a área dos cps e o substrato envolvido. Os valores variaram entre 63,05 MPa (condição: cp em forma de palito em dentina com 0,5 x 0,5 mm) e 17,18 MPa (condição: cp em forma de palito em dentina com 2,0 x 2,0 mm).

A análise de variância mostrou que os fatores substrato, formato e área dos cps foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$). Em relação ao substrato, os espécimes em dentina obtiveram valores de resistência de união significativamente maiores ($39,04 \pm 17,20$ MPa) do que em esmalte ($31,94 \pm 11,51$ MPa) ($p < 0,05$). Já considerando o formato dos espécimes, os cps em forma de palito apresentaram valores significativamente maiores ($38,53 \pm 17,47$ MPa) do que os obtidos em formato de ampulheta ($32,45 \pm 11,40$ MPa) ($p < 0,05$). E em relação à área de união, quanto maior o cp, menor a resistência de união, sendo a diferença entre cada uma das 4 dimensões, estatisticamente significativa ($p < 0,05$). Além disso, a correlação negativa entre a área dos espécimes e a resistência de união obtida também foi estatisticamente significativa ($p = -0,83$; $p < 0,05$), comprovando a relação inversa entre ambas.

No que diz respeito às interações, a interação entre os fatores substrato e formato (Gráfico 5.3, página 67), substrato e área de união dos cps (Gráfico 5.4, página 67), e formato e área de união (Gráfico 5.5, página 68) foram estatisticamente significantes ($p < 0,05$).

Gráfico 5.3 - Médias e desvios-padrão, em MPa, da interação entre os fatores substrato e formato dos cps. Sub-grupos estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$) estão indicados pela mesma letra alfabética

Gráfico 5.4 - Médias e desvios-padrão, em MPa, da interação entre os fatores substrato e área de união dos cps. Sub-grupos estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$) estão indicados pela mesma letra alfabética

Gráfico 5.5 - Médias e desvios-padrão, em MPa, da interação entre os fatores formato e área de união dos cps. Sub-grupos estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$) estão indicados pela mesma letra alfabética

Levando-se em consideração a quantidade de fraturas prematuras (Tabela 5.2) nota-se que, em esmalte, a porcentagem destas gira em torno de 100 a 150% maior do que em dentina, e geralmente maior nos cps em forma de ampulheta do que nos palitos. Além disso, há uma tendência de ocorrer mais fraturas prematuras nos espécimes com menor área de união, provavelmente devido à sua fragilidade intrínseca.

Tabela 5.2 - Porcentagem de fraturas prematuras observadas no estudo de acordo com o substrato, formato e área do corpo-de-prova

Dimensão(mm) Formato	Dentina				Esmalte			
	0,5x0,5	1,0x1,0	1,5x1,5	2,0x2,0	0,5x0,5	1,0x1,0	1,5x1,5	2,0x2,0
Ampulheta	24,2	18,2	12,5	0,0	58,0	27,5	15,1	5,3
Palito	13,1	9,5	5,5	0,0	37,5	14,2	11,8	6,6

5.3 Verificação da influência da velocidade de corte de obtenção dos corpos-de-prova em ambos os substratos dentais

5.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

Na análise em MEV é possível verificar que cps em dentina (Figura 5.14 A) mostraram menor quantidade de defeitos estruturais quando comparados aos espécimes em esmalte (Figura 5.14 B), demonstrando uma melhor integridade superficial, o que provavelmente justifica os elevados valores de resistência de união.

Figura 5.14 - (A) Fotomicrografia de um espécime íntegro em dentina cortado com 400 RPM (500x). R - resina composta, D - dentina. (B) Fotomicrografia de um espécime em esmalte cortado com 400 RPM (500x), evidenciando os defeitos estruturais e trincas no esmalte - E - (setas)

Nenhum dos espécimes em esmalte estava livre de defeitos estruturais (Figura 5.14 B, página 69, Figura 5.15 e Figura 5.16). Esses consistiam em microtrincas e ausência de fragmentos do esmalte, sendo mais pronunciados naqueles cortados com 400 RPM (Figura 5.15), a mesma condição que mostrou os menores valores de resistência de união do que com os cortados com velocidades menores (Figura 5.16).

Figura 5.15 - A) Fotomicrografia em pequeno aumento (250x) de um espécime em esmalte cortado com 400 RPM. B) Maior aumento (500x) do mesmo espécime, evidenciando trincas e arrancamentos do substrato. R - resina composta, E - esmalte

Figura 5.16 - Fotomicrografias de cps em esmalte cortados com a) 100 RPM e b) 200 RPM (250x). Ambas as imagens mostram defeitos estruturais no substrato, porém menos pronunciados do que na Figura 5.15. R - resina composta, E - esmalte

5.3.2 Teste de Microtração

As médias e os desvios-padrão de todos os grupos experimentais são apresentados na Tabela 5.3, que indica também a frequência de fraturas prematuras encontradas.

Tabela 5.3 - Médias, desvios padrão (DP) e porcentagem de fraturas prematuras (fp) observadas nos diferentes grupos experimentais

Velocidade de corte		Dentina			Esmalte		
		Média	DP	fp (%)	Média	DP	fp(%)
100 RPM	Excluindo fp	36,33 A*	3,96	2,4	27,31 a*	3,25	6,6
	Incluindo fp	35,80 A	5,15		24,67 a	3,95	
200 RPM	Excluindo fp	36,65 A*	5,23	2,3	25,81 a*	1,34	7,1
	Incluindo fp	35,84 A	5,54		24,03 a	1,78	
400 RPM	Excluindo fp	38,50 A*	6,36	2,9	21,52 b*	1,59	11,9
	Incluindo fp	37,78 A	6,35		18,77 b	2,01	

Sub-grupos estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$) estão sinalizados por letras iguais.

* indica qual sub-grupo foi levado em consideração na mesma análise estatística.

A análise estatística revelou que as velocidades de corte têm influência significativa apenas nos espécimes em esmalte ($p < 0,05$), nos quais as duas menores velocidades, 100 RPM ($27,31 \pm 3,25$ / $24,67 \pm 3,95$ MPa) e 200 RPM

($25,81 \pm 1,34$ / $24,03 \pm 1,78$ MPa) proporcionaram as maiores médias de resistência de união, sendo estas estatisticamente semelhantes entre si e diferentes da 400 RPM ($21,52 \pm 1,59$ / $18,77 \pm 2,01$ MPa) ($p < 0,05$). Os valores apresentados entre parênteses descrevem as médias e desvios-padrão encontrados, respectivamente, excluindo as fraturas prematuras / incluindo-as como valor de resistência igual à zero.

Já em relação aos espécimes em dentina, as diferentes velocidades de corte não mostraram influência estatisticamente significativa ($p > 0,05$) sobre os valores de resistência de união.

No que tange à quantidade de fraturas prematuras, é possível observar que esta foi maior em esmalte (variando entre 6 e 12%) do que em dentina, que foi menor do que 3%. Nesse último substrato praticamente não houve diferença entre as perdas de cps com as diferentes velocidades. Em esmalte, entretanto, a velocidade 400 RPM gerou cps com menores médias de resistência de união e também maiores freqüências de fraturas prematuras.

5.4 Verificação da influência do equipamento de corte e formato dos corpos-de-prova em ambos os substratos

5.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

Em relação à análise em MEV, as fotomicrografias nos menores aumentos garantiram uma visão geral dos espécimes (Figura 5.17 e Figura 5.18, página 73),

enquanto nos maiores, evidenciaram a integridade da interface, assim como a presença ou ausência de defeitos estruturais (Figura 5.19 e Figura 5.20, página 74).

Figura 5.17 - Cps em forma de palito cortados com fio em menor aumento (50x) a) em esmalte e b) em dentina, e cortados com disco c) em esmalte e d) em dentina. R - resina composta, E - esmalte, D - dentina

Figura 5.18 - Cp em forma de ampulheta a) em esmalte e b) em dentina em pequeno aumento (25x). R - resina composta, E - esmalte, D - dentina

Figura 5.19 - Cps em forma de palito em esmalte em maior aumento (250x). A) cortado com fio, evidenciando a integridade da interface adesiva e b) cortado com disco, destacando os defeitos nos substratos. R - resina composta, E - esmalte

Figura 5.20 - Cps em forma de ampulheta em maior aumento (500x) a) em dentina e b) em esmalte, evidenciando os defeitos gerados durante o entalhe na interface adesiva. R - resina composta, E - esmalte, D - dentina

Pela análise em MEV, é possível constatar que trincas, arrancamento de fragmentos do substrato e defeitos foram comumente observados nos espécimes em forma de palito cortados com o disco (Figura 5.17 C,D página 73 e Figura 5.19 B). Essa ocorrência foi mais freqüente em esmalte do que em dentina. Contrariamente, todos os espécimes em forma de palito, tanto em esmalte como em dentina, cortados com o fio, não apresentaram defeitos, mostrando boa integridade superficial (Figura 5.17 A,B página 73 e Figura 5.19 A).

Outro fato relevante, repetidamente encontrado, foi a presença de trincas e arrancamentos de substrato nos espécimes em forma de ampulheta (Figura 5.20, página 74), independente do equipamento de corte utilizado para obtenção das fatias, que posteriormente deram origem às ampulhetas. Os defeitos estavam geralmente localizados na área de entalhe, ou seja, na região de ação da broca próxima à interface. Novamente, os espécimes em esmalte foram mais afetados (Figura 5.20 B, página 74) do que os em dentina.

Como já ressaltado anteriormente, foi observada uma boa integridade superficial na maioria dos espécimes em dentina, especialmente nos em forma de palito, mostrando, em geral, uma micromorfologia íntegra, com sinais mínimos de imperfeições (Figura 5.17 B e D, página 73).

5.4.2 Teste de Microtração

A análise estatística em dentina indicou haver significância apenas para o fator exclusão/inclusão das fraturas prematuras (fp) ($p < 0,05$). As médias e desvios-padrão de todos os grupos experimentais em dentina encontrados podem ser observadas no Gráfico 5.6, página 76.

Gráfico 5.6 - Médias e desvios-padrão, em MPa, de todos os grupos experimentais em dentina

É possível notar que, quando as fp foram excluídas, valores significativamente maiores de resistência de união ($43,93 \pm 5,62$ MPa) foram encontrados em relação aos mesmos sub-grupos com inclusão das fp com valores iguais à zero ($39,35 \pm 8,23$ MPa). Apesar de significativa, essa queda não tão acentuada confirma o baixo índice de fraturas prematuras, principalmente quando comparado ao esmalte.

Por outro lado, a análise estatística quando o substrato era o esmalte mostrou que todos os fatores (equipamento de corte, formato dos espécimes e inclusão/exclusão das fp) influenciaram significativamente nas médias de resistência de união ($p < 0,05$), assim como as interações entre os fatores equipamento de corte e formato dos espécimes (Gráfico 5.7, página 77) e a interação tripla ($p < 0,05$, Gráfico 5.8, página 77).

Gráfico 5.7 - Médias e desvios-padrão, em MPa, da interação entre os fatores equipamento de corte e formato dos espécimes em esmalte. Sub-grupos estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$) estão indicados pela mesma letra alfabética

Gráfico 5.8- Médias e desvios-padrão, em MPa, de todos os grupos experimentais em esmalte. Sub-grupos estatisticamente semelhantes ($p > 0,05$) estão sinalizados pela mesma letra alfabética

Em relação ao fator equipamento de corte, foi possível verificar que os espécimes cortados com o fio apresentaram valores de resistência de união significativamente maiores ($39,47 \pm 10,95$ MPa) do que aqueles observados nos espécimes cortados com o disco ($33,78 \pm 8,60$ MPa) ($p = 0,0017$). Já no que tange ao

fator formato dos cps, espécimes em forma de palito mostraram valores significativamente maiores ($41,12 \pm 9,07$ MPa) do que os observados nos em forma de ampulheta ($32,12 \pm 9,28$ MPa) ($p=0,00003$). E finalmente, em relação ao fator inclusão/exclusão das fp, quando um valor nulo foi atribuído aos cps que fraturaram prematuramente, as médias de resistência de união diminuíram significativamente de $42,11 \pm 5,24$ para $31,14 \pm 10,7$ MPa ($p=0,00001$). É possível notar que essa queda é bem mais acentuada do que a encontrada em dentina, certamente devido ao alto índice de fraturas prematuras encontradas em esmalte (Tabela 5.4).

Tabela 5.4 - Ocorrência de fraturas prematuras (%) observadas em todos os sub-grupos

		Fio	disco
Esmalte	Ampulheta	27,8	33,3
	Palito	5,8	35,4
Dentina	Ampulheta	9,5	9,4
	Palito	7,2	18,2

6 DISCUSSÃO

Os testes de adesão em Odontologia têm sido ampliados gradualmente desde os trabalhos pioneiros de Buonocore em 1955 (BUONOCORE, 1955). Significantes progressos foram alcançados nos últimos anos (PASHLEY et al., 1995), destacando-se o desenvolvimento do teste de microtração. Este, indiscutivelmente, foi uma importante contribuição à ciência dos testes de adesão (PASHLEY et al., 1999; SCHREINER et al., 1998). Inicialmente idealizado para ser aplicado em dentina (SANO et al., 1994), sua utilização foi ampliada por Shono et al. (1997), após os autores comprovarem a existência de uma relação inversa exponencial, entre a resistência de união ao esmalte e a área de união dos espécimes (SHONO et al., 1997), similar à encontrada em dentina por Sano et al. (1994).

Com a introdução dos sistemas adesivos autocondicionantes e avanços no desenvolvimento dos produtos tradicionais, a demanda por estudos com testes de adesão cresceu (PASHLEY et al., 1995). Devido à incapacidade dos testes de cisalhamento e tração convencionais de mensurar valores de resistência de união elevados (acima de 20-25 MPa) (VAN NOORT et al., 1989; VAN NOORT et al., 1991), o teste de microtração passou a ser amplamente difundido e utilizado em dentina e esmalte, sendo considerado atualmente um importante instrumento no controle de qualidade dos materiais restauradores, constantemente introduzidos no mercado, principalmente dos sistemas adesivos, por ser um teste bastante preciso e confiável. No entanto, a necessidade de aprimoramento e padronização não pode ser descartada, visto que algumas incoerências ainda não foram solucionadas.

Um fato bastante curioso tem chamado a atenção quando são comparados valores de resistência de união em esmalte e dentina. Ao se utilizar o teste de microtração, os valores de adesão em esmalte são semelhantes ou inferiores aos obtidos em dentina (DE MUNCK et al., 2003a; GORACCI et al., 2004a; INOUE et al., 2001, 2003; ÖZER et al.; YOSHIYAMA et al., 1998), o que parece um contra-senso, já que com os testes convencionais obtém-se uma relação oposta (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003; BURROW et al., 1994; FINGER; FRITZ, 1996; FRITZ; FINGER, 1999; GORDAN et al., 1997; HAYAKAWA; KIKUTAKE; NEMOTO, 1998; TOLEDANO et al., 2001), e anos de experiência clínica demonstram condições de adesão mais favoráveis em esmalte (CARVALHO, 1998; FERRARI et al., 1994; GARONE FILHO, 2000; VAN MEERBEEK et al., 2001). É possível que essa contradição esteja relacionada ao tipo de sistema adesivo usado, uma vez que alguns materiais autocondicionantes vêm apresentando deficiências, principalmente em esmalte (PASHLEY; TAY, 2001; PERDIGAO; GERALDELI, 2003; TOLEDANO et al., 2001).

Esses materiais possuem “primers” com monômeros com acidez, teoricamente suficiente para penetrar pela camada de esfregaço e desmineralizar o tecido adjacente, dispensando o condicionamento ácido preconizado pelos adesivos tradicionais. Alguns autores (PASHLEY; TAY, 2001; TAY; PASHLEY, 2001; TAY et al., 2004), todavia, têm demonstrado uma agressividade menor desses em comparação ao ácido fosfórico, podendo justificar esse fraco desempenho.

Yoshiyama et al. (1998) verificaram a resistência de união ao esmalte e a diferentes regiões da dentina, encontrando valores de resistência à dentina superiores aos encontrados ao esmalte. Os autores, entretanto, usaram apenas

sistemas adesivos autocondicionantes e, assim, permanece a dúvida em relação à influência do tipo de adesivo utilizado.

De Munck et al. (2003a) avaliaram a resistência de união em esmalte e dentina de 8 sistemas adesivos, sendo 6 autocondicionantes e 2 convencionais com condicionamento prévio com ácido fosfórico. Os autores observaram que a resistência de união ao esmalte foi significativamente menor do que a encontrada em dentina com os sistemas adesivos autocondicionantes e com o convencional Optibond FL, no entanto, com o sistema Prime & Bond NT, também da família que preconiza condicionamento prévio com ácido fosfórico, uma relação oposta foi verificada. Assim, nenhuma conclusão pode ser tirada em relação a esta contradição estar ou não associada ao tipo de adesivo usado, uma vez que o sistema convencional Optibond FL também apresentou valores relativamente baixos em esmalte.

O interessante é que estes autores citados não discutiram essa incoerência, aprofundando-se apenas às diferenças encontradas entre os adesivos em um mesmo substrato. O mesmo acontece nos trabalhos de Inoue et al. (2001, 2003), nos quais é possível notar valores de resistência de união em esmalte inferiores aos encontrados em dentina, porém, por serem 2 trabalhos diferentes, nenhuma comparação direta entre os substratos foi feita.

No presente trabalho (experimento 4.2.1), além de ser usado um adesivo com “primer” autocondicionante, o Clearfil SE Bond, também foi utilizado o sistema adesivo Excite, o qual preconiza a utilização prévia do ácido fosfórico. Apesar do Clearfil SE Bond ser considerado de agressividade moderada, devido ao seu pH em torno de 2.0 (TAY; PASHLEY, 2001), este mostrou valores de resistência de união em dentina e esmalte semelhantes aos encontrados com o Excite (Gráfico 5.1,

página 63). O sistema adesivo Clearfil SE Bond possui em sua composição, como monômero ácido, 10-metacriloxil decil dihidrogenofosfato (10-MDP), o qual é responsável pela estabilidade hidrolítica do sistema, pelos valores baixos de pH, além de garantir valores de resistência de união mais consistentes (HAYAKAWA; KIKUTAKE; NEMOTO, 1998), o que pode explicar os elevados valores encontrados nesse experimento.

O poder de remoção da camada de esfregaço e desmineralização do tecido adjacente, além da abertura dos túbulos dentinários em dentina, acentuado do ácido fosfórico ($\text{pH} < 0,1$) em comparação aos monômeros ácidos, são os principais responsáveis pela variação da espessura da camada híbrida encontrada entre os dois sistemas adesivos, como claramente observado na Figura 5.2, página 59. No adesivo Excite, a espessura da camada híbrida obtida ficou, em média, ao redor de $2,5 \mu\text{m}$. Já o sistema autocondicionante Clearfil SE Bond apresentou uma camada híbrida de espessura bem menor, em média, $0,8 \mu\text{m}$. Estes achados são extremamente coerentes com a literatura (CARDOSO et al., 2004; FRITZ; FINGER, 1999; SAKOOLNAMARKA; BURROW; TYAS, 2002; SANO et al., 1995; TOLEDANO et al., 2001; VAN MEERBEEK et al., 2001; VAN MEERBEEK et al., 2003).

Ainda que a agressividade de condicionamento dos sistemas autocondicionantes possa ser usada para prever a profundidade de desmineralização e a espessura da camada híbrida, esta não pode ser relacionada à resistência de união obtida por esses sistemas em esmalte e dentina (STRYDOM, 2004, 2005). Finger, Inoue e Asmussen (1994) indicaram que talvez haja uma relação entre a qualidade da camada híbrida e resistência, contudo, não existem mensurações objetivas para avaliar diretamente essa qualidade (FINGER; INOUE; ASMUSSEN, 1994). Alguns autores (FINGER; FRITZ, 1996; HASHIMOTO et al.,

2003b; NAKAJIMA et al., 1995; YANAGAWA; FINGER, 1994) demonstraram não haver essa correlação entre a espessura da camada híbrida e resistência de união à dentina.

De fato, no presente experimento, a espessura da camada híbrida não foi determinante para garantir o íntimo contato com o tecido adjacente, o que possivelmente conduziria a um bom selamento marginal e nem a retenção da restauração. Foram notadas uma boa adaptação ao substrato dentário (Figura 5.1 e Figura 5.3, páginas 59 e 60) e valores de resistência de união semelhantes (Gráfico 5.1, página 63) com ambos os sistemas adesivos usados. Performances semelhantes também foram encontradas entre esses sistemas adesivos em estudo previamente realizados por outros autores (INOUE et al., 2001, 2003; VAN MEERBEEK et al., 2001; VAN MEERBEEK et al., 2003).

Independente do sistema adesivo utilizado, os valores de resistência de união encontrados, nesse experimento, foram bastante altos, variando entre 38,9 e 45, MPa. Esses valores elevados, em comparação aos observados quando os testes convencionais são aplicados (BURROW et al., 1994; GIANNINI et al., 2003; GORDAN et al., 1997; TOLEDANO et al., 2001), são característicos do método de microtração. Outra característica, inerente ao teste, foi os baixos desvios-padrão, provavelmente resultado da precisão deste, que tende a apresentar baixa variabilidade do experimento (PASHLEY et al., 1999). Contudo, os valores de resistência de união em esmalte não foram estatisticamente maiores do que os encontrados em dentina e, assim, esse fato descarta a hipótese de que os valores relativamente baixos encontrados, com o teste de microtração em esmalte, possa estar relacionado ao tipo de adesivo utilizado.

Quando da análise em MEV é possível entender o porquê desse comportamento. Poucos espécimes observados estavam totalmente livres de defeitos estruturais (Figura 5.4 e Figura 5.7, páginas 61), sendo a maioria localizada em esmalte (Figura 5.5, Figura 5.6 e Figura 5.8, página 61).

Essas constatações possibilitaram a idealização de uma nova hipótese para explicar esses valores contraditórios e achados surpreendentes. É possível que características inerentes ao modo de preparo dos espécimes para o teste de microtração sejam responsáveis pelos valores obtidos em esmalte. Esses espécimes podem fraturar a níveis relativamente baixos durante o carregamento devido à fragilidade intrínseca desse tecido, agravada pelas áreas reduzidas dos espécimes para microtração. A elevada dureza atribuída ao alto conteúdo mineral e a friabilidade constada pelo alto módulo de elasticidade e baixa resistência à tração são os principais responsáveis por essa fragilidade. Desta forma, trincas e fraturas podem facilmente ocorrer, mesmo o esmalte sendo considerado um substrato duro e resistente.

Mahoney et al. (2000) demonstraram que a dureza ($4,88 \pm 0,35$ GPa) e o módulo de elasticidade ($80,35 \pm 7,71$ GPa) do esmalte são aproximadamente 4 vezes maiores do que os da dentina ($0,92 \pm 0,11$ GPa / $19,89 \pm 1,92$ GPa, respectivamente). Os autores relataram que aproximadamente 15% dos espécimes em esmalte foram descartados por apresentarem trincas na superfície após a endentação, demonstrando essa fragilidade intrínseca do sustrato, o mesmo não ocorrendo em relação à em dentina. Marshall et al. (2001) também encontraram valores superiores de microdureza (3,5 GPa) e módulo de elasticidade (65 GPa) em esmalte em comparação aos valores encontrados em dentina (0,7 e 20 GPa, respectivamente), ressaltando que a tenacidade à fratura é dependente dessas

propriedades. Os resultados de fratura encontrados por esses autores mostraram que é mais difícil iniciar ou propagar uma trinca em dentina, sendo esses fenômenos, facilmente observados no esmalte.

Dong e Ruse (2003) conseguiram mensurar esses valores de tenacidade à fratura dos substratos dentários e, de fato, a tenacidade à fratura da dentina ($2,02 \pm 0,18 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) é maior do que a do esmalte ($0,8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$), comprovando, pois, a facilidade de enucleação e propagação de uma trinca em esmalte e não em dentina (DONG; RUSE, 2003).

De posse desses conhecimentos e da elevada quantidade de trincas observadas, em MEV, nos cps em esmalte no presente trabalho, é aceitável admitir que características inerentes ao modo de preparo sejam responsáveis pelos baixos valores de resistência de união obtidos em esmalte. Como demonstrado, o esmalte é mais friável do que a dentina e, portanto, mais suscetível a trincas. Uma vez criadas essas trincas, a baixa tenacidade à fratura associada ao esmalte facilita a propagação dessas até a fratura, seguramente a níveis de carregamento inferiores aos necessários para romper a união criada por um sistema adesivo no esmalte, falseando os resultados obtidos com o teste de microtração.

Poderia ser questionado se esses defeitos não teriam sido desenvolvidos previamente aos procedimentos adesivos. É possível, porém que, nesse caso, esses defeitos estariam preenchidos pelos monômeros resinosos adesivos. É mais provável mesmo que esses defeitos e trincas, encontrados principalmente em esmalte, tenham sido introduzidos inadvertidamente durante os procedimentos de corte, uma vez que estes estavam localizados na periferia dos cps e completamente vazios.

Hashimoto et al. (2003b) avaliaram a interface resina composta-esmalte obtida com dois sistemas autocondicionantes e um adesivo convencional, através do teste de microtração, fractografias, em MEV, dos cps fraturados após o teste e observações da interface adesiva em microscópio eletrônico de transmissão (MET). Os autores (HASHIMOTO et al., 2003b) verificaram, através das análises fractográficas, que há uma tendência da trinca se originar em um dos ângulos do corpo-de-prova em forma de palito, propagando-se paralelamente a interface resina-esmalte na camada adesiva. Os defeitos encontrados na periferia dos cps observados em MEV no presente estudo justificam essa tendência encontrada por Hashimoto et al. (2003b).

Deve, entretanto, ser ressaltado que essa fragilidade do esmalte é agravada pela área reduzida dos espécimes para microtração, e como espécimes seccionados em forma de palito, com área de secção transversal de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$ foram usados (experimento 4.2.1), os defeitos encontrados podem ter sido agravados, apesar de nenhum cp ter fraturado prematuramente.

Shono et al. (1997), avaliando a resistência de união de adesivos em esmalte, através do teste de microtração, recomendaram o uso de cps em esmalte em forma de ampulheta, com área não inferior a $1,0 \text{ mm}^2$, devido às dificuldades técnicas em preparar espécimes menores. Após analisar os resultados de resistência de união obtidos com áreas de união variando entre $0,5$ e $3,0 \text{ mm}^2$, os autores calcularam, através de análise de regressão, os valores máximos de resistência de união ao esmalte supostamente alcançados, e concluíram que estes deveriam ser próximos a 50-60 MPa, encontrados a níveis infinitamente pequenos de área de união (por exemplo, adesão aos prismas do esmalte). Vale ressaltar que esses valores elevados de resistência de união são realmente esperados em esmalte, devido a

suas características favoráveis à adesão, exaustivamente comprovada em estudo clínicos (CARVALHO, 1998; FERRARI et al., 1994; GARONE FILHO, 2000; VAN MEERBEEK et al., 2001). No entanto, com o teste de microtração, esses valores jamais foram alcançados, provavelmente em decorrência das limitações técnicas utilizadas até então para obtenção e preparação dos espécimes.

Alguns autores seguiram as recomendações de Shono et al. (1997) e usaram cps em forma de ampulheta com área de secção transversal de 1 mm² para mensurar a resistência de união ao esmalte, encontrando valores significativamente baixos (20 MPa) (YOSHIYAMA et al., 1998). Já Inoue et al. (2003), também com cps semelhantes, relataram valores mais altos para alguns sistemas adesivos (40 MPa), porém, constataram um elevado índice de fraturas prematuras, desconsiderando esses cps, não os incluindo na média, o que favoreceu a elevação das médias. Esses valores alcançados estão longe daqueles supostamente esperados no esmalte. Além disso, a elevada ocorrência de fraturas prematuras não foi bem explicada, além de falsear os resultados, já que apenas os cps mais resistentes são testados (PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a).

Pode ser especulado que, espécimes em esmalte com áreas de união e/ou formatos diferentes daqueles usados até então, ou daqueles adequados para mensurar a adesão à dentina, sejam necessários para que uma mensuração apropriada da resistência ao esmalte seja obtida ao usar o teste de microtração. Além disso, deve-se tentar minimizar a frequência de fraturas prematuras dos cps em esmalte durante os procedimentos de corte. E assim, uma comparação direta entre os cps em forma de ampulheta e em forma de palito, com diferentes espessuras, foi feita para ambos os substratos dentários (esmalte e dentina) no experimento 4.2.2.

Nesse experimento, um único sistema adesivo foi usado, já que a possibilidade dos valores incoerentes em esmalte estarem relacionados ao tipo de adesivo utilizado foi excluída. Mesmo assim, foi possível observar que diversos valores de resistência de união foram encontrados. Esses valores variaram de acordo com o substrato envolvido, com o formato e com a área dos cps (Gráfico 5.2, página 65), constatando-se que todos esses fatores influenciaram significativamente na resistência de união obtida com o teste de microtração. Desta forma, muito cuidado deve ser tomado ao confrontar resultados de diferentes centros de pesquisa, sem atentar para o formato e área dos cps usados.

A relação inversa entre a área e a resistência de união, primeiramente descrita por Sano et al. (1994), também foi demonstrada no presente estudo e, é explicada, como já mencionado, pela teoria de Griffith (GRIFFITH, 1920). Defeitos encontrados nos espécimes atuam como concentradores de tensão e, de acordo com os princípios de Griffith, espécimes menores têm maior probabilidade de terem defeitos menores, conseqüentemente, a concentração de tensão ao redor destes é menor, resultando em uma resistência de união maior, devido a uma distribuição mais homogênea do estresse na interface adesiva.

No presente experimento, essa relação foi claramente observada entre as 4 dimensões utilizadas (0,5 x 0,5; 1,0 x 1,0; 1,5 x 1,5; 2,0 x 2,0 mm) sendo menor a resistência de união quanto maior a área de união do corpo-de-prova. Os cps com área de 0,25 mm² alcançaram os maiores valores de resistência de união. É possível, todavia, ressaltar que os cps que fraturam prematuramente foram desconsiderados, não sendo compilados na média, o que favoreceu a elevação dos valores encontrados. Pela Tabela 5.2, página 68, é possível verificar que, nessa condição, os índices de fraturas prematuras foram elevados, principalmente em

esmalte, evidenciando a fragilidade inerente aos cps com áreas muito reduzidas, contra-indicando cps com áreas muito pequenas. É aconselhável usar cps com áreas de união próximas a 1 mm^2 , pois os valores de resistência foram semelhantes e as fraturas prematuras praticamente reduzidas à metade, quando comparados aos cps com área de união de $0,25 \text{ mm}^2$.

Apesar da incidência de fraturas prematuras ser bastante reduzida nos cps com área de $4,0 \text{ mm}^2$, estes são desaconselháveis por registrarem valores de resistência de união baixos, provavelmente devido ao grande número de defeitos internos, descaracterizando os princípios do teste de microtração (SANO et al., 1994).

Particularmente em relação ao substrato, independente da forma e da área de união dos cps, os valores de resistência de união encontrados no esmalte foram significativamente menores do que os encontrados em dentina, reafirmando a contradição constantemente relatada na literatura e no presente trabalho.

Evidenciando a hipótese levantada de que essa incoerência está relacionada ao modo de preparo dos espécimes, a análise em MEV, novamente, demonstrou que defeitos e trincas foram comumente mais encontrados em esmalte (Figura 5.12, página 65) do que em dentina (Figura 5.13, figura 65). Além disso, nota-se que o valor porcentual de fraturas prematuras em esmalte é em torno de 2 a 3 vezes maior do que em dentina (Tabela 5.2, página 68), demonstrando a incapacidade do esmalte em resistir ao estresse induzido durante o preparo dos espécimes.

Hashimoto et al. (2003b) reportaram que a resistência de união em esmalte obtida por eles pode ter sido inferior em relação ao real valor, devido à propagação das trincas iniciadas no, naturalmente friável, esmalte, já que o material ou a estrutura mais fracos devem fraturar primeiro, justificando os valores e a elevada

freqüência de defeitos e fraturas prematuras encontradas em esmalte no presente experimento. Seguindo esse raciocínio, os autores esperavam que a maioria das fraturas envolvessem o substrato esmalte e, de fato, entre 20 e 40% das suas fraturas foram coesivas em esmalte.

Ainda que muitas desvantagens em relação aos cps em forma de ampulheta tenham sido citadas na literatura (BOUILLAGUET et al., 2001a; PASHLEY et al., 1995; PHRUKKANON; BURROW; TYAS, 1998a, 1998b), esse formato continua sendo comumente encontrado, com uma variação enorme entre suas áreas, geralmente entre 0,4 e 2,4 mm². Essas desvantagens relacionam-se à elevada incidência de fraturas prematuras, à assimetria entre os entalhes laterais, ao estresse adicional induzido pela ponta de diamante durante a confecção do entalhe etc. No entanto, nenhuma comparação direta havia sido feita na literatura vigente entre os dois formatos de corpo-de-prova, impossibilitando conclusões mais aprofundadas sobre essas desvantagens.

A partir dos resultados do experimento 4.2.2 foi possível demonstrar que, independente do substrato e da área de união dos espécimes, os cps em forma de palito resultam em valores de resistência de união significativamente maiores do que aquele em forma de ampulheta. Esses achados confirmam as suspeitas já levantadas em estudos prévios com microtração, onde o método de obtenção dos entalhes (“trimming technique”) pode causar um enfraquecimento na interface adesiva, devido ao estresse adicional causado pela ação da ponta de diamante (PASHLEY et al., 1999).

Bouillaguet et al. (2001a) relataram preferir o método sem o entalhe (“non-trimming technique”), principalmente para materiais ou espécimes com resistência relativamente baixa, após verificarem maior incidência de fraturas prematuras nos

espécimes de microtração quando o método de entalhe foi aplicado. O mesmo ocorreu no presente experimento, no qual foi possível ser observado um porcentual de perdas prematuras durante a preparação dos cps em forma de ampulheta 2 vezes maior do que nos cps em forma de palito, principalmente em esmalte (Tabela 5.2, página 68).

Embora o entalhe tenha sido feito com pontas de diamante superfinas novas e sob refrigeração constante, os achados em MEV demonstraram que a ação da broca pode ser particularmente agressiva para a interface adesiva (Figura 5.10 e Figura 5.11, página 64), já que esses defeitos localizados no entalhe prejudicam a integridade superficial, favorecendo o aparecimento e propagação de trincas.

Carvalho et al. (2000), num estudo avaliando resistência de união em esmalte, através do teste de microtração, mencionaram que microtrincas em esmalte podem ser criadas durante a preparação dos espécimes, provavelmente devido à ação da broca ou até mesmo pelo aquecimento gerado.

Outro ponto que deve ser destacado é que a confecção dos entalhes foi feita à mão livre e, assim, uma reprodução perfeitamente simétrica e com geometria definida são dificilmente alcançadas. Para uma maior precisão na mensuração da resistência de união seria necessário calcular a área da interface adesiva de cada corpo-de-prova, aplicando uma fórmula geométrica mais apropriada para cada secção transversal criada pelo entalhe. Na prática, contudo, essa precisão é muito difícil.

No presente experimento, a técnica de entalhe gerou mais trincas nos espécimes em esmalte do que naqueles em dentina, provavelmente em decorrência da facilidade de iniciação e/ou propagação de uma trinca em esmalte (MARSHALL et al., 2001), comprovando a fragilidade desse substrato frente ao modo de obtenção

dos cps para o teste de microtração. Desta forma, é possível inferir que o entalhamento, principalmente em esmalte, é bastante crítico e influencia significativamente na redução dos resultados de adesão (Gráfico 5.3, página 67). É admissível que a redução da área de união pelo entalhe esteja associada à maior quantidade de defeitos na interface adesiva, como pode ser observado em MEV (Figura 5.10 e Figura 5.11, página 64).

Somando-se a isso, a interação substrato x área de união e formato x área de união foram estatisticamente significantes (Gráfico 5.4 e Gráfico 5.5, páginas 67 e 68), demonstrando novamente que a dentina consegue absorver melhor o estresse induzido durante a preparação dos cps quando comparada ao esmalte. Ademais, independente das dimensões do cp, o formato sem entalhe (cp em forma de palito) é sempre preferível por garantir menor quantidade de estresse induzido durante a preparação, conferindo assim, uma distribuição mais homogênea do estresse na interface. No entanto, vale ressaltar que essas considerações não valem para os cps com dimensões de 2 x 2 mm, desaconselháveis, independente do formato e do substrato, por irem contra o princípio básico do teste de microtração, que consiste na dimensão reduzida dos espécimes, resultando em valores de resistência de união baixíssimos.

Com o propósito de identificar as características mais apropriadas dos cps para o teste de microtração em esmalte e dentina coronária, o experimento 4.2.2 coletou informações úteis na padronização dos procedimentos, recomendando, independente do substrato, a utilização de cps na forma de palito, com área de união de 1 mm².

A incoerência dos resultados, no entanto, relativamente baixos em esmalte ainda não foi solucionada. Assim, outros parâmetros também deveriam ser

pesquisados, para ter certeza que o método usado é confiável, para ambos os substratos dentários, não apenas para os resultados do próprio pesquisador, mas também para comparar resultados entre diferentes pesquisadores. Essa confiança havia sido depositada nos testes convencionais de tração e cisalhamento que, contudo, redundaram em desapontamento, em termos de consistência e potencial para a sua reprodutibilidade (VAN NOORT et al., 1989; VAN NOORT et al., 1991). Em consequência, novas investigações devem ser constantemente realizadas para garantir a confiabilidade do teste de microtração.

Em todo o teste de microtração os procedimentos de corte parecem ser os processos mais críticos. Estes, contudo, não podem ser evitados, já que são os responsáveis pelas áreas reduzidas dos cps, essenciais para o ensaio. Assim, julgamos importante analisar alguns parâmetros metodológicos referentes ao corte, como por exemplo, a velocidade de corte.

Algumas pesquisas têm reportado que os espécimes para o teste de microtração são seccionados com velocidades baixas (ARMSTRONG et al., 2003; INOUE et al., 2001, 2003; SHONO et al., 1999; YOSHIYAMA et al., 1998), sem especificar a velocidade exata, dificultando a padronização entre os diferentes centros de pesquisa. Durante o seccionamento ocorre fricção entre o disco e o dente restaurado, o que pode gerar vibrações e aquecimento (ANUSAVICE, 1998). Velocidades maiores diminuem o tempo de contato do disco com os espécimes, porém proporcionam mais atrito e, assim, surgiram dúvidas se existiria uma velocidade mais apropriada para ser usada.

De fato, os resultados do experimento 4.2.3 mostraram que as velocidades de corte têm influência nos valores de resistência de união, no entanto, esta foi significativa apenas para os espécimes em esmalte, nos quais as menores

velocidades (100 e 200 RPM) proporcionaram médias de resistência de união significativamente maiores do que quando os cps foram seccionados com uma velocidade de 400 RPM (Tabela 5.3, página 71). Pode-se, pois, recomendar que para os espécimes em esmalte, apesar de o seccionamento ser mais lento, o ideal é reduzir o atrito, evitando excesso de estresse num substrato bastante suscetível a trincas. Velocidades altas são particularmente agressivas para o esmalte, devido à sua elevada friabilidade, resultando em uma quantidade maior de defeitos estruturais (Figura 5.15, página 70), que facilmente propagam até a fratura durante o carregamento, a níveis relativamente baixos de carga, justificando os baixos valores de resistência de união encontrados nesse grupo (Tabela 5.3, página 71).

Essa afirmação, no entanto, sobre a velocidade de corte é válida apenas para os cps em esmalte, já que para os cps em dentina esse experimento revelou que a velocidade de corte não apresenta uma influência significativa. Os valores de resistência de união e a integridade superficial dos cps foram semelhantes, independente da velocidade usada, provavelmente em decorrência da capacidade da dentina de absorver o estresse induzido durante o corte, dificultando a iniciação e propagação de uma trinca nesse substrato (MARSHALL et al., 2001). Esses achados diferem dos encontrados por Reis et al. (2004). Porém, é importante ressaltar que, apesar dos autores terem detectado significância estatística para o fator velocidade de corte em dentina, nem todos os grupos mostraram a mesma tendência. Os autores não encontraram diferenças estatísticas entre os grupos seccionados após 10 minutos ou 24 horas com as diferentes velocidades. Assim, pode-se dizer que a velocidade de corte não tem influência significativa sobre os cps em dentina, pelo menos naqueles seccionados até 24 horas, como foi o caso do experimento 4.2.3.

Apesar das menores velocidades de corte garantirem cps em esmalte com resistência de união maior, esses valores ainda continuam significativamente menores do que os encontrados em dentina. De acordo com a teoria de fratura dos materiais frágeis de Griffith (CALLISTER, 1994) uma fratura é um processo complexo que envolve: nucleação e crescimento de micro e macro bolhas ou trincas, mecanismos de deslocamento, e propagação das trincas. Uma vez propagada uma trinca pelo material, a extensão desta resulta na criação de novas trincas, o que aumenta a energia de superfície do sistema. É esperado que a velocidade de propagação de uma trinca seja bastante elevada em materiais frágeis. Desta forma, sendo o esmalte um substrato altamente frágil, defeitos estruturais presentes no substrato (Figura 5.14 B, página 69, Figura 5.15 e Figura 5.16, página 70), facilmente enfraquecem a interface adesiva, diminuindo consequentemente os valores de resistência de união (Tabela 5.3, página 71), devido à rápida propagação desses defeitos enucleados no esmalte, pela interface, explicando os baixos valores encontrados em esmalte.

Além disso, ao se comparar a quantidade de fraturas prematuras (Tabela 5.3, página 71) em ambos os substratos, a maior ocorrência destas em esmalte demonstra a fragilidade e friabilidade do substrato, o qual facilmente trinca e fratura durante os procedimentos de corte. Consequentemente, o ideal seria que diferentes procedimentos para a preparação dos cps em esmalte, como por exemplo, equipamentos de corte alternativos, fossem estudados, para que esses defeitos fossem evitados, e uma real mensuração da resistência de união pudesse ser obtida.

Em engenharia, a possibilidade de seccionamento de cristais em fatias finas, com espessura uniforme, mínimas distorções e injúrias no material, além da redução

das perdas prematuras, revitalizou o interesse pelas cortadeiras por fio impregnado por diamante (CLARK et al., 2003), tecnologia desenvolvida no final da década de 80 (ITO; MURATA, 1987; TOKURA; NAKAYAMA; YOSHIKAWA, 1992). Com os avanços e desenvolvimentos dessa tecnologia, redução do tempo de processamento e possibilidade de seccionamento de materiais cerâmicos, dificilmente seccionados com outras técnicas, foram alcançados. Essas cortadeiras com fio passaram a ser então, o equipamento de escolha em Engenharia para seccionamento de materiais friáveis, por apresentar várias vantagens em relação aos tradicionais métodos de corte.

Acreditando que essas vantagens seriam interessantes também na obtenção dos cps para microtração em Odontologia, um equipamento com fio impregnado por diamante foi comparado à tradicional cortadeira com disco, no experimento 4.2.4. Até o presente momento, não há relatos de sua utilização na Odontologia. Além da comparação entre os equipamentos de corte, uma nova comparação entre os diferentes formatos de cps foi feita, para verificar se o corte das fatias, que dariam origem a cps em forma de ampulheta, feito com o fio impregnado por diamante garantiria cps com menos defeitos do que os cortados inicialmente com o disco.

Devido à significância, observada com o teste de Fisher, entre esmalte e dentina quanto à frequência de fraturas prematuras, os resultados do experimento 4.2.4 foram analisados separadamente por substrato. E de fato, foi observado que o equipamento de corte tem influência significativa no seccionamento dos espécimes em esmalte. É possível notar que os cps em esmalte cortados com o equipamento com fio apresentaram valores de resistência de união significativamente maiores (Gráfico 5.8, página 77) e uma melhor integridade superficial (Figura 5.17 A, página 73 e Figura 5.19 A, página 74), quando comparados aos cps cortados com o disco.

Dentre os cps em esmalte, aqueles em forma de palito, cortados com o fio, foram os que obtiveram a maior média de resistência de união, sendo esta bem próxima do valor máximo, supostamente alcançado em esmalte, sugerido por Shono et al. (1997). Pelo Gráfico 5.7, página 77, nota-se que esta foi estatisticamente superior às demais condições, além de ter apresentado o menor desvio padrão, e pela Tabela 5.4, página 78, observa-se uma mínima quantidade de fraturas prematuras associada a esse grupo, demonstrando que o método de seccionamento com o fio, para obtenção de palitos em esmalte, provocou poucos defeitos nos cps, se mostrando eficiente.

Essa discrepância, encontrada entre a quantidade de fraturas prematuras associada ao fio e ao disco, ressaltou a controvérsia existente na literatura em relação à consideração sobre a obtenção dos valores das unidades amostrais. Como já mencionado, Bouillaguet et al. (2001a) optaram por não incluir os cps fraturados prematuramente na média por considerar que as fraturas foram igualmente distribuídas entre os grupos. O mesmo, contudo, não aconteceu no presente experimento e, assim, a inclusão ou exclusão destas na média foi considerada como uma variável experimental, sendo significativa em ambos os substratos. É possível verificar que a diferença entre os valores de resistência de união obtidos em esmalte se torna mais exacerbada quando são comparados os valores obtidos após compilar as médias incluindo as fraturas prematuras como valores de resistência de união igual a zero (Gráfico 5.8, página 77). É notória uma acentuada redução nos valores de resistência de união em todos os grupos, exceto no grupo dos cps em forma de palito cortados com o fio, devido às quantidades mínimas de fratura prematuras nessa condição experimental (Tabela 5.4, página 78).

O efeito deletério do corte com disco, nos cps em esmalte, em forma de palito, evidenciado pelos baixos valores de resistência de união (Gráfico 5.7 e Gráfico 5.8, página 77), pela quantidade de defeitos observados em MEV (Figura 5.17, página 73 e Figura 5.19, página 74) e pela elevada quantidade de fraturas prematuras (Tabela 5.4, página 78), comprova a suspeita da fragilidade intrínseca do esmalte ao seccionamento com disco de diamante.

Por outro lado, o equipamento de corte não teve influência significativa no seccionamento dos cps em dentina. Estes mostraram uma boa integridade superficial ao MEV (Figura 5.17, página 73) e valores de resistência de união (Gráfico 5.6, página 76) e frequência de fraturas prematuras (Tabela 5.4, página 78) semelhantes, independentemente do equipamento de corte utilizado. Esses resultados confirmam a capacidade da dentina em absorver o estresse gerado durante o corte, evitando a enucleação e propagação de trincas devido ao seu baixo módulo de elasticidade e dureza (ARIKAWA, 1989; MAHONEY et al., 2000; MARSHALL et al., 2001).

Porém, deve-se ressaltar que independentemente do equipamento de corte utilizado para gerar as fatias, nos cps em forma de ampulheta, o que parece ser realmente deletério para esses cps é a ação da ponta de diamante durante a confecção dos entalhes laterais, talvez pelo excesso de vibração, superaquecimento ou pressão lateral (CARVALHO et al., 2000; PASHLEY et al., 1995). Os cps em forma de ampulheta tendem a determinar valores de resistência de união menores quando comparados aos cps em forma de palito, diferença significativa apenas em esmalte (Gráfico 5.6, página 76 e Gráfico 5.8, página 77). Além de demonstrarem trincas e arrancamentos de substrato (Figura 5.20, página 74), geralmente localizados na área de entalhe, ou seja, região de ação da broca próxima

à interface, sendo os espécimes em esmalte mais afetados do que os em dentina. Esses resultados validam as suspeitas já levantadas em outros estudos (BOUILLAGUET et al., 2001a; CARVALHO et al., 2000; PASHLEY et al., 1999; SHIMADA et al., 2002), que o método de entalhamento, devido ao estresse adicional, enfraquece demasiadamente a união. O efeito deletério desse método sobre os cps também fica evidente pela elevada quantidade de fraturas prematuras associadas a este (Tabela 5.4, página 78). Assim, mais uma vez, parece ser aconselhável evitar o entalhamento, principalmente nos espécimes em esmalte.

Nesse experimento, como a questão da inclusão ou exclusão das fraturas prematuras na obtenção dos valores da unidade amostral foi estatisticamente significativa, é recomendável que este deva ser considerado em estudos futuros. Dentre as limitações desse estudo, é factível assumir que as fraturas prematuras estão intimamente relacionadas aos procedimentos de corte. Seccionamento com o disco de corte em esmalte e a confecção dos entalhes laterais induzem elevados níveis de estresse na interface, refletindo num aumento de fraturas prematuras (Tabela 5.4, página 78). Assim, concluí-se que a inclusão das fraturas prematuras, como valor de resistência de união igual a zero, na compilação das médias, proporciona resultados mais representativos sobre o complexo processo que envolve o teste de microtração, sendo mais significativo em esmalte do que em dentina.

Os métodos de avaliação usados nessa tese (mensuração da resistência de união e análise da integridade superficial dos cp através de microscopia eletrônica de varredura) demonstraram ser bastante coerentes entre si. Os grupos experimentais que proporcionaram os maiores valores de resistência de união foram justamente aqueles que apresentaram os cps com melhor integridade superficial.

Os indesejáveis efeitos deletérios do disco de corte em esmalte e/ou a ação da broca diamantada nos cps em forma de ampulheta foram claramente evidenciados nessa tese, confirmando a hipótese levantada de que características inerentes ao modo de preparo dos espécimes são as principais responsáveis pelos valores de resistência de união relativamente baixos encontrados. Apesar da formação de trincas ser menor em dentina (MARSHALL et al., 2001), o excesso de estresse causado pelo entalhe provavelmente supera a tenacidade à fratura desse substrato. Já em esmalte, a baixa tenacidade à fratura (MARSHALL et al., 2001) e a rápida propagação dos defeitos enucleados no substrato pelo substrato (CALLISTER, 1994) são os possíveis responsáveis, e assim, o ideal é evitar a criação destes, sendo o equipamento de corte com fio impregnado por diamante uma ótima alternativa para tal.

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos e dentro das limitações desse estudo podemos concluir, sobre as variáveis experimentais estudadas, que:

1. Sistema adesivo

- O tipo de sistema adesivo não foi o responsável pelos valores de resistência de união relativamente baixos obtidos em esmalte com o teste de microtração;
- Cps em esmalte mostraram valores de resistência de união semelhantes aos obtidos com os cps em dentina quando os adesivos Excite e Clearfil SE Bond foram comparados;
- Foi observada, em MEV, a presença de defeitos estruturais, independente do sistema adesivo, com predominância em esmalte.

2. Formato e área dos corpos-de-prova

- Cps em forma de ampulheta apresentam valores de resistência de união inferiores aos cps em forma de palito;
- Quanto maior a área do corpo-de-prova, menor sua resistência de união;
- Cps em forma de palito com áreas de união de $1,0 \text{ mm}^2$ garantiram baixa variabilidade, pequena quantidade de fraturas prematuras e valores de resistência de união semelhantes aos cps com área de união de $0,25 \text{ mm}^2$ e superiores aos cps com área de união de $2,25$ e $4,0 \text{ mm}^2$;

- Cps em esmalte mostraram valores de resistência de união inferiores aos obtidos com os cps em dentina, independente do formato e da área de união do corpo-de-prova;
- Cps em forma de ampulheta apresentaram freqüentemente linhas de fraturas na interface adesiva;
- Cps em esmalte mostraram mais defeitos estruturais em MEV do que os cps em dentina.

3. Velocidade de corte para obtenção dos corpos-de-prova

- A velocidade de corte usada no equipamento que usa o disco diamantado não influenciou na resistência de união dos cps em dentina;
- Já para os cps em esmalte, o equipamento de corte com disco diamantado, usando baixas velocidades, 100 e 200 RPM, proporcionou valores de resistência de união superiores aqueles seccionados com alta velocidade (400 RPM);
- Cps em esmalte mostraram valores de resistência de união inferiores e maior quantidade de defeitos estruturais em MEV aos obtidos com os cps em dentina;
- Cps em esmalte seccionados com velocidade alta mostraram mais defeitos estruturais em MEV que os cps em esmalte seccionados com velocidades baixas;

4. Equipamento de corte, formato dos cps e Consideração sobre a obtenção dos valores das unidades amostrais (corpo-de-prova)

- Quando o seccionamento foi feito com o disco de corte de diamante, os cps em esmalte mostraram valores de resistência de união inferiores e maior quantidade de defeitos estruturais quando comparados aos cps em dentina;

- Cps com forma de palito, em esmalte, seccionados com o equipamento de corte com fio impregnado por diamante, mostraram valores de resistência de união maiores, sendo menor a quantidade de defeitos estruturais e de fraturas prematuras em relação aos seccionados com disco;
- Cps em forma de ampulheta apresentaram valores de resistência de união inferiores quando comparados aos cps em forma de palito, independente do equipamento de corte utilizado;
- A inclusão das fraturas prematuras, como valor de resistência de união igual a zero, na compilação das médias proporciona resultados mais representativos sobre o complexo processo que envolve o teste de microtração.

REFERÊNCIAS¹

Anusavice KJ. Materiais de acabamento e polimento. In: materiais dentários. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A.; 1998. p. 394-405.

Arikawa H. Dynamic shear modulus in torsion of human dentin and enamel. *Dent Mater J* 1989;8(2):223-35.

Armstrong SR, Boyer DB, Keller JC. Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. *Dent Mater* 1998;14(1):44-50.

Armstrong SR, Keller JC, Boyer DB. Mode of failure in the dentin-adhesive resin-resin composite bonded joint as determined by strength-based (μ TBS) and fracture-based (CNSB) mechanical testing. *Dent Mater* 2001;17(3):201-10.

Armstrong SR, Vargas MA, Fang Q, Laffoon JE. Microtensile bond strength of a total-etch 3-step, total-etch 2-step, self-etch 2-step, and a self-etch 1-step dentin bonding system through 15-month water storage. *J Adhes Dent* 2003;5(1):47-56.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Short- and long-term bonding efficacy of a self-etching, one-step adhesive. *J Adhes Dent* 2003;5(1):41-5.

Bianchi J. Estudo sobre a resistência a microtração em função das dimensões, modo de prensão e formato do corpo-de-prova [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 1999.

Bouillaguet S, Ciucchi B, Jacoby T, Wataha JC, Pashley D. Bonding characteristics to dentin walls of class II cavities, in vitro. *Dent Mater* 2001a;17(4):316-21.

Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater* 2003;19(3):199-205.

Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucchi B, Cattani M, Godin C, et al. Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step, and self-etching adhesive systems. *J Dent* 2001b;29(1):55-61.

¹ De acordo com estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

Brackett WW, Covey DA, St Germain HA, Jr. One-year clinical performance of a self-etching adhesive in class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent* 2002;27(3):218-22.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34(6):849-53.

Burrow MF, Tagami J, Negishi T, Nikaido T, Hosoda H. Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems. *J Dent Res* 1994;73(2):522-8.

Callister WDJ. Materials science and engineering. An introduction. New York: Wiley and Sons; 1994.

Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater* 1998;14(6):394-8.

Cardoso PEC, Sadek FT, Placido E, Santos JFF. Microtensile bond strength of current adhesive systems when compared to cohesive strength of sound dentin and a resin-based composite. *Mater Res* 2004;7(4):575-81.

Carvalho RM. Adesivos dentinários - fundamentos para aplicação clínica. *Rev Dent Rest* 1998;1(2):61-92.

Carvalho RM, Santiago SL, Fernandes CA, Suh BI, Pashley DH. Effects of prism orientation on tensile strength of enamel. *J Adhes Dent* 2000;2(4):251-7.

Chappell RP, Schreiner RF, Glaros A, Eick JD. Pilot study to determine sample size for micro-tensile testing [abstract 193]. *J Dent Res* 1997;76(Spec Iss A):38.

Chen KK, Shono Y, Ogawa T, Kozono Y, Terashita M. Fracture aspects of resin-dentin bonding in non-trimming microtensile test. *Dent Mater J* 2001;20(4):315-24.

Clark WI, Shih AJ, Hardin CW, Lemaster RL, McSpadden SB. Fixed abrasive diamond wire machine - part I: process monitoring and wire tension force. *Int J Mach Tools & Manufact* 2003;43(3):523-32.

De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, et al. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003a;16(6):414-20.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2003b;82(2):136-40.

Dong XD, Ruse ND. Fatigue crack propagation path across the dentinoenamel junction complex in human teeth. *J Biomed Mater Res A* 2003;66(1):103-9.

Eckert GJ, Platt JA, Rhodes B. Analysis of microtensile dentin bond strength - are beams independent? [abstract 2557]. *J Dent Res* 2005;84(Spec Iss A): disponível em <http://www.dentalresearch.org> [03/3/2005].

El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res* 2004;83(5):420-4.

Ferrari M, Yamamoto K, Vichi A, Finger WJ. Clinical and laboratory evaluation of adhesive restorative systems. *Am J Dent* 1994;7(4):217-9.

Finger WJ, Fritz U. Laboratory evaluation of one-component enamel/dentin bonding agents. *Am J Dent* 1996;9(5):206-10.

Finger WJ, Inoue M, Asmussen E. Effect of wettability of adhesive resins on bonding to dentin. *Am J Dent* 1994;7(1):35-8.

Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent* 1999;12(6):277-82.

Garone Filho W. Adesão em esmalte e dentina. In: Cardoso RJA, Gonçalves EAN, editores. *Dentística / laser*. São Paulo: Artes Médicas; 2000. p. 27-55.

Giannini M, Seixas CA, Reis AF, Pimenta LA. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesive systems to dentin. *J Esthet Restor Dent* 2003;15(1):43-8; discussion 9.

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PEC, Ferrari M. Microtensile bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent* 2004a;6(4):313-8.

Goracci C, Raffaelli O, Monticelli F, Balleri B, Bertelli E, Ferrari M. The adhesion between prefabricated FRC posts and composite resin cores: microtensile bond strength with and without post-silanization. *Dent Mater* 2005;21(5):437-44.

Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, et al. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci* 2004b;112(4):353-61.

Gordan VV, Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. Evaluation of adhesive systems using acidic primers. *Am J Dent* 1997;10(5):219-23.

Griffith A. The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans Royal Soc London* 1920;Series A(A221):168-98.

Guzman-Armstrong S, Armstrong SR, Qian F. Relationship between nanoleakage and microtensile bond strength at the resin-dentin interface. *Oper Dent* 2003;28(1):60-6.

Hashimoto M, Ohno H, Sano H, Kaga M, Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials* 2003a;24(21):3795-803.

Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M, et al. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. *Eur J Oral Sci* 2003b;111(5):447-53.

Hayakawa T, Kikutake K, Nemoto K. Influence of self-etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel. *Dent Mater* 1998;14(2):99-105.

Hayashi Y. High resolution electron microscopy of a small crack at the superficial layer of enamel. *J Electron Microsc (Tokyo)* 1994;43(6):398-401.

Hilton TJ. Can modern restorative procedures and materials reliably seal cavities? In vitro investigations. Part 1. *Am J Dent* 2002a;15(3):198-210.

Hilton TJ. Can modern restorative procedures and materials reliably seal cavities? In vitro investigations. Part 2. *Am J Dent* 2002b;15(4):279-89.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2001;3(3):237-45.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, et al. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 2003;16(5):329-34.

Ito S, Murata R. Study on machining characteristics of diamond abrasive wire. J Mech Eng Lab 1987;41(5):236-44.

Iwasaki K, Miyazaki M, Yoshida Y, Oshida Y. Influence of crosshead speed on micro-tensile bond strength [abstract 331]. J Dent Res 2003;82(Spec Iss B):54.

Lucena-Martin C, Gonzalez-Rodriguez MP, Ferrer-Luque CM, Robles-Gijon V, Navajas JM. Influence of time and thermocycling on marginal sealing of several dentin adhesive systems. Oper Dent 2001;26(6):550-5.

Mahoney E, Holt A, Swain M, Kilpatrick N. The hardness and modulus of elasticity of primary molar teeth: an ultra-micro-indentation study. J Dent 2000;28(8):589-94.

Manhart J, Chen HY, Mehl A, Weber K, Hickel R. Marginal quality and microleakage of adhesive class V restorations. J Dent 2001;29(2):123-30.

Mannocci F, Sherriff M, Ferrari M, Watson TF. Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. Am J Dent 2001;14(4):200-4.

Marshall GW, Jr., Balooch M, Gallagher RR, Gansky SA, Marshall SJ. Mechanical properties of the dentinoenamel junction: AFM studies of nanohardness, elastic modulus, and fracture. J Biomed Mater Res 2001;54(1):87-95.

Meira JB, Souza RM, Driemeier L, Ballester RY. Stress concentration in microtensile tests using uniform material. J Adhes Dent 2004;6(4):267-73.

Nakajima M, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Yoshiyama M, Ebisu S, et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. J Dent Res 1995;74(10):1679-88.

Nishitani Y, Ito S, Hashimoto M, Yoshiyama M, Pashley D. Effects of eccentric vs. concentric specimens attachment on micro-tensile bond strength [abstract 2961]. J Dent Res 2005;84(Spec Iss A):disponível em <http://www.dentalresearch.org> [03/3/2005].

Ozcelik Y, Polat E, Bayram F, Ay AM. Investigation of the effect of textural properties on marble cutting with diamond wire. Int J Rock Mech & Min Sci 2004;41(3):228-34.

Özer F, Sengun A, Ozturk B, Say EC, Tagami J. Effect of tooth age on microtensile bond strength of two fluoride-releasing bonding agents. J Adhes Dent In press.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater* 2001;17(5):430-44.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dental Materials* 1995;11(2):117-25.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999;1(4):299-309.

Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent* 2002;30(2-3):83-90.

Paul SJ, Welter DA, Ghazi M, Pashley D. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs microtensile bond strength. *Oper Dent* 1999;24(3):181-8.

Perdigao J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent* 2003;15(32-42).

Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *J Esthet Restor Dent* 2002;14(1):31-8.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 1998a;14(2):120-8.

Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dent Mater* 1998b;14(3):212-21.

Reis A, de Oliveira Bauer JR, Louguercio AD. Influence of crosshead speed on resin-dentin microtensile bond strength. *J Adhes Dent* 2004;6(4):275-8.

Reis A, Rocha de Oliveira Carrilho M, Schroeder M, Tancredo LL, Dourado Loguercio A. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. *J Adhes Dent* 2004;6(1):7-11.

Sadek FT, Tavares AU, Cardoso PEC. Efeito do armazenamento de adesivos de frasco único sobre a resistência de união à dentina. *Ciênc Odontol Bras* 2003;6(2):29-34.

Sakoolnamarka R, Burrow MF, Tyas MJ. Micromorphological study of resin-dentin interface of non-carious cervical lesions. *Oper Dent* 2002;27(5):493-9.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10(4):236-40.

Sano H, Yoshiyama M, Ebisu S, Burrow MF, Takatsu T, Ciucchi B, et al. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 1995;20(4):160-7.

Schreiner RF, Chappell RP, Glaros AG, Eick JD. Microtensile testing of dentin adhesives. *Dent Mater* 1998;14(3):194-201.

Sehy C, Drummond JL. Micro-cracking of tooth structure. *Am J Dent* 2004;17(5):378-80.

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent* 2002;27(4):403-9.

Shono Y, Terashita M, Pashley EL, Brewer PD, Pashley DH. Effects of cross-sectional area on resin-enamel tensile bond strength. *Dent Mater* 1997;13(5):290-6.

Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res* 1999;78(2):699-705.

Silva AR. Espectro de umidade da superfície dentinária para três sistemas adesivos com diferentes solventes [tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2002.

Silverstone LM, Dogon IL. Proceedings of an International Symposium on the acid etch technique. St. Paul, Minnesota: North Central Pub. Co.; 1975.

Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res* 1975;9(5):373-87.

Strydom C. Self-etching adhesives: review of adhesion to tooth structure part I. *Sadj* 2004;59(10):413, 5-7, 9.

Strydom C. Self-etching adhesives: review of adhesion to tooth structure part II. *Sadj* 2005;60(1):8, 10, 2-3.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17(4):296-308.

Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent* 2003;5(1):27-40.

Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SC, et al. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. *Oper Dent* 2004;29(3):309-16.

Tokura H, Nakayama S, Yoshikawa M. Cutting performance of diamond plated wire tools. *J Japan Soc Prec Eng* 1992;58(12):2013-8.

Toledano M, Osorio R, Leonardi G, Rosales-Leal JI, Ceballos L, Cabrerizo-Vilchez MA. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent* 2001;14(205-10).

Uno S, Inoue H, Finger WJ, Inoue S, Sano H. Microtensile bond strength evaluation of three adhesive systems in cervical dentin cavities. *J Adhes Dent* 2001;3(4):333-41.

Urabe I, Nakajima S, Sano H, Tagami J. Physical properties of the dentin-enamel junction region. *Am J Dent* 2000;13(3):129-35.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, et al. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent* 2001;Suppl 6(119-44).

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28(3):215-35.

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 1989;17(2):61-7.

Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res* 1991;70(5):889-93.

Xie B, Dickens SH, Giuseppetti AA. Microtensile bond strength of thermally stressed composite-dentin bonds mediated by one-bottle adhesives. *Am J Dent* 2002;15(3):177-84.

Yanagawa T, Finger WJ. Relationship between degree of polymerization of resin composite and bond strength to Gluma-treated dentin. *Am J Dent* 1994;7(3):157-60.

Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 1998;26(7):609-16.

Yoshiyama M, Carvalho RM, Sano H, Horner JA, Brewer PD, Pashley DH. Regional bond strengths of resins to human root dentine. *J Dent* 1996;24(6):435-42.

ANEXO A - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA****PARECER DE APROVAÇÃO
Protocolo 84/2002**

Com base em parecer de relator, o Comitê de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa "**Testes de adesão com o método de microtração: efeito do substrato dental e do sistema adesivo na mensuração da resistência adesiva**", de responsabilidade da pesquisadora **Fernanda Tranchesí Sadek**, sob orientação do Professor Doutor **Paulo Eduardo Capel Cardoso**.

Tendo em vista a legislação vigente, devem ser encaminhados a este Comitê relatórios anuais referentes ao andamento da pesquisa e ao término cópia do trabalho em "cd". Qualquer emenda do projeto original deve ser apresentada a este CEP para apreciação, de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas.

São Paulo, 22 de maio de 2002

Profa.Dra. **Célia Regina Martins Delgado Rodrigues**
Coordenadora do CEP-FOUSP

ANEXO B - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI SIENA
DIPARTIMENTO DI SCIENZE ODONTOSTOMATOLOGICHE
Corso di Laurea in Odontoiatria e Protesi Dentaria

Presidente Comitato per la Didattica
Prof. Ferrari Marco

Agosto 2002

La Dr.ssa Fernanda Tranchesi Sadek è autorizzata ad utilizzare 64 denti umani estratti che saranno impiegati, previo ottenimento del consenso informato da parte dei pazienti a cui i denti sono stati estratti, secondo un protocollo VISTO ed APPROVATO dal Comitato Etico dell'Università di Siena, Italia, il cui titolo è "Influenza del substrato, della forma e delle dimensioni sull'integrità strutturale e sulla forza di adesione in campioni per test microtensile".

Prof. Marco Ferrari

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'mf', representing Prof. Marco Ferrari.

ANEXO C - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI SIENA
DIPARTIMENTO DI SCIENZE ODONTOSTOMATOLOGICHE
Corso di Laurea in Odontoiatria e Protesi Dentaria

Presidente Comitato per la Didattica
Prof. Ferrari Marco

Ottobre 2003

La Dr.ssa Fernanda Tranchesi Sadek è autorizzata ad utilizzare 30 denti umani estratti che saranno impiegati, previo ottenimento del consenso informato da parte dei pazienti a cui i denti sono stati estratti, secondo un protocollo VISTO ed APPROVATO dal Comitato Etico dell'Università di Siena, il cui titolo è "Influenza della velocità di taglio sulla forza di adesione e sull'integrità di campioni per test microtensile".

Prof. Marco Ferrari

A handwritten signature in blue ink, likely belonging to Prof. Marco Ferrari.

ANEXO D - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA**PARECER DE APROVAÇÃO**
Protocolo nº 74/02

O Comitê de Ética em Pesquisa, **APROVOU** em reunião de 20 de maio de 2002, o protocolo de pesquisa "**Avaliação da influência do corte e do formato dos corpos-de-prova para o teste de microtração em esmalte e dentina**" de responsabilidade da Pesquisadora **Fernanda Tranchesí Sadek**, sob orientação do Professor Doutor **Paulo Eduardo Capel Cardoso**.

Tendo em vista a legislação vigente, devem ser encaminhados a este Comitê relatórios anuais referentes ao andamento da pesquisa e ao término cópia do trabalho em "cd". Qualquer emenda do projeto original deve ser apresentada a este CEP para apreciação, de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificada e suas justificativas.

São Paulo, 24 de novembro de 2004

Profª Drª **ROSA HELENA MIRANDA GRANDE**
Coordenadora do CEP-FOUSP